

**ALUNİTLİ KAOLİNLERİN
ZENGİNLEŞTİRİLMESİ /**

Güner SÜMER

Yüksek Lisans Tezi

**Maden Mühendisliği Anabilim Dalı
1991**

ALUNİTLİ KAOLİNLERİN ZENGİNLEŐTİRİLMESİ

Güner SÜMER

**Anadolu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmeliđi Uyarınca
Maden Mühendisliđi Anabilim Dalında
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır.**

Danışman: Doç.Dr.Hüseyin ÖZDAĞ

Şubat-1991

Güner SÜMER'in Yüksek Lisans Tezi olarak hazırladığı "ALUNİTLİ KAOLİNLERİN ZENGİNLEŞTİRİLMESİ" başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

3.4.1991

İMZA

Üye : Prof. Dr. Rifat BOZKURT

Üye : Doç. Dr. Hüseyin Çelikoğlu

Üye : Y. Doç. Dr. Güler YERSEL

30 NİSAN 1991
Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun gün ve 274.5
sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü
Prof. Dr. Rüstem KAYA

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET	iii
SUMMARY	v
TEŞEKKÜR	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii

BÖLÜM I

I.GENEL BİLGİLER	1
1.1.Kaolinin Tanımı	1
1.2.Kaolin Yataklarının Sınıflandırılması	4
1.3.Kaolin Yataklarında Bulunan Mineraller	5
1.4.Dünya Kaolin Rezervleri ve Üretimi	7
1.5.Türkiye Kaolin Rezervleri ve Üretimi	8
1.6.Kaolinin Değerlendirilmesi ve Kullanım Alanı	13
1.6.1.Üretim	13
1.6.2.Dış Ticaret	13
1.6.3.Kullanım alanı	13
1.6.4.Fiyat durumu	14
1.6.5.Tüketiciye kaolin ihtiyacı	15
1.6.6.Kaolin yatırım durumu	15
1.7.Alunit Minerali	16
1.8.Kaolinit Cevherlerinin Zenginleştirilmesi	17
1.8.1.Kuru öğütme	18
1.8.2.Mikser ile yaş dağıtma	18
1.8.3.Değirmende yaş öğütme	18
1.8.4.Hidrosiklon	18
1.8.5.Flötasyon	18
1.8.6.Aglomerasyon	18
1.8.7.Kalsinasyon+Aglomerasyon	19

IÇİNDEKİLER (Devam)

Sayfa No

1.8.8.Flokulasyon	19
1.8.9.Seçimli flokulasyon	19
1.8.10.Çöktürme	19
1.8.11.Kalsinasyon	19
1.8.12.Kimyasal işlem	20
1.8.13.Kalsinasyon+Kimyasal işlem	20

BÖLÜM II

2.ÇALIŞMALARDA KULLANILAN NUMUNENİN TANIMI	21
2.1.Kimyasal Analizi	21
2.2.Diferansiyel Termik Analizi	21
2.3.x-Işınları Difraktogramı	21
2.4.Petrografik Mikroskop Etüdü	22

BÖLÜM III

3.CEVHER ZENGİNLEŞTİRME ÇALIŞMALARI	29
3.1.Kuru Öğütme Çalışmaları	29
3.2.Mikser ile Yaş Dağıtma Çalışmaları	35
3.3.Değirmende Yaş Öğütme Çalışması	37
3.4.Hidrosiklon Testi	39
3.5.Flötasyon Deneyi	39
3.6.Aglomerasyon Deneyi	44
3.7.Kalsinasyon+Aglomerasyon Deneyi	46
3.8.Flokulasyon Deneyi	46
3.9.Seçimli Flokulasyon Deneyi	48
3.10.Çöktürme Deneyi	48
3.11.Kalsinasyon	49

İÇİNDEKİLER (Devam)

	Sayfa No
3.12.Kimyasal İşlem	52
3.13.Kalsinasyon+Kimyasal İşlem	52
3.14.SO3 Analiz Yöntemi	53
4.ENDÜSTRİYEL UYGULAMA ÇALIŞMALARI	54

BÖLÜM IV

SONUÇLAR	59
KAYNAKLAR DİZİNİ	61

ÖZET

Bu tezde, Balıkesir Mustafa Kemal Paşa Bölgesine ait alunitli kaolinlerin zenginleştirilmesi olanakları incelenmiştir. Sözkonusu alunitli kaolinler %16'ya kadar Sülfür (SO_3) ihtiva etmektedir.

Bu çalışmada, numunenin özelliklerinin saptanmasından sonra öğütme, hidrosiklon, flotasyon, agglomerasyon, flokulasyon, kalsinasyon ve kimyasal işlem yöntemlerinin uygulanabilirlikleri araştırılmıştır. Uygulanan yöntemlerden en uygununun kalsinasyon yöntemi olduğu saptanmıştır. Bu yöntemle sülfür (SO_3) miktarı, 1200 °C'de, %0,10'a, 1100°C'de 0.43'e, 1000 °C'de 1.49'a ve 900 °C'de 2.14'e indirilmiştir. Bu değerler seramik sanayinde alunitli kaolin kullanımı için uygun olmaktadır.

Bu tez dört bölümden oluşmaktadır. Birinci bölüm kaolinler ile ilgili genel bilgileri kapsamaktadır.

İkinci bölümde çalışmalarda kullanılan numunenin tanıtımı yapılmaktadır.

Üçüncü bölümde ise yapılan cevher hazırlama çalışmalarına yer verilmiştir. Ayrıca, bu çalışmanın endüstriyel uygulanabilirliği araştırılmıştır.

Dördüncü bölümde ise sonuçlara yer verilmiştir.

SUMMARY

In this thesis, the beneficiation of Alunite Kaolins from Mustafa Kemal Paşa (Balıkesir) was investigated. The subject Alunite Kaolins have the sulfite (SO_3) content up to 16%.

In this work, after the determination of the sample kaolinite properties, the applicability of the grinding, hydrocyclone, flotation, agglomeration, flocculation, calcination and leaching methods were investigated. Among these methods, the calcination method was found to be the best one. By using this method, the sulfite (SO_3) content was decreased to %0,10 at 1200 °C, to 0.43, at 1100 °C, to 1.49 at 1000 °C and to 2.14 at 900 °C. These values are good for use of alunite kaolins in the Ceramics Industry.

This Thesis consists of 4 chapters. The first chapter refers to the literature survey on the beneficiation of kaolins.

In the second chapter, the materials used are described. In the third chapter, the beneficiation testing works are presented. Besides, the industrial applicability of this work is studied.

In the fourth chapter, the conclusions are presented.

TEŐEKKÜR

Yüksek lisans tez alıřmalarımın danıřmanlıđını kabul ederek, bana bu tezi hazırlama olanađı sađlayan ve alıřmam süresince desteđini esirgemeyen Sayın Dođ.Dr. Hüseyin ÖZDAĐ'a, fikirlerinden yararlandıđım Sayın Prof.Dr. Rifat BOZ-KURT ve Yrd.Dođ.Dr. Gürkan YERSEL'e teőekkür ederim.

Güner SÜMER

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa No
Şekil: 1 $(\text{SiO}_4)^{-4}$ Tetrehedralı	6
Şekil: 2 Şematik kaolin strüktürü	6
Şekil: 3 Nakrit ve Kaolinitin (a ve b) altıgen tabakaları ve halloysitin (c) çubuk yapısı tanecikleri	7
Şekil: 4 "DTA" eğrisi	23
Şekil: 5 X-ışınları difraktogramı	24

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa No
Çizelge: 1 Kaolin Özellikleri	2
Çizelge: 2 Kağıt Sanayinde Kullanılan Kaolinin Özellikleri	2
Çizelge: 3 Seramik Sanayinde Kullanılan Kaolinlerin Kimyasal Analizleri	3
Çizelge: 4 1985 Yılı Kaolin Üretimi	8
Çizelge: 5 Sındırgı Düvertepe Kaolini M.T.A. Değerlemesi	10
Çizelge: 6 Kaolin Yatakları Rezervi	11
Çizelge: 7 Kaolin Rezerv ve Üretim İstihraç Durumları	12
Çizelge: 8 Halen İşletilen Kaolin Sahaları	12
Çizelge: 9 Kaolin Üretim Durumu	13
Çizelge: 10 Kaolin Satış Fiyat Durumu	14
Çizelge: 11 Personel Durumu	14
Çizelge: 12 Kaolin İhtiyacı, Ton/Yıl	15
Çizelge: 13 Numune Kimyasal Analiz Neticesi	22
Çizelge: 14 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcıda -38.1 mm. Elek Altı	30
Çizelge: 15 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcıda -19.05 mm. Elek Altı	30
Çizelge: 16 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcıda -9.52 mm. Elek Altı	31
Çizelge: 17 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcıda -4.76 mm. Elek Altı	31
Çizelge: 18 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcıda -2.83 mm. Elek Altı	32
Çizelge: 19 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcıda -1.02 mm. Elek Altı	32
Çizelge: 20 Şoklu Kırıcı, Birincil Geçiriş Sonrası Kuru Elek Analizi	33
Çizelge: 21 Şoklu Kırıcı, İkincil Geçiriş Sonrası Kum Elek Analizi	33
Çizelge: 22 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Öğütme Sonrasında (SO ₃) Tayini	34
Çizelge: 23 Şoklu Kırıcı+Kuru Kırma Sonrasında (SO ₃) Tayini	34
Çizelge: 24 Mikser ile Yaş Dağıtma Çalışmaları Sonuçları	36

ÇİZELGELER DİZİNİ (Devam)

Sayfa No

Çizelge: 25	Değirmende Yaş Öğütme Çalışması Sonuçları	38
Çizelge: 26	Hidrosiklon Testi Sonuçları	39
Çizelge: 27	Flotasyon Testleri Sonuçları	43
Çizelge: 28	Flokulasyon Testleri Sonuçları	47
Çizelge: 29	Kalsinasyon Sonrası Ateşte Zaiyat	49
Çizelge: 30	Kalsinasyon (SO ₃) Neticeleri	50
Çizelge: 31	Kalsinasyon Sonrası Ateşte Zaiyat	51
Çizelge: 32	Kalsinasyon Sonrası SO ₃ Neticelri	51
Çizelge: 33	Kalsinasyon+Kimyasal İşlem Testi Neticeleri	53
Çizelge: 34	Kullanılan Hammaddelerin Kimyasal Analizleri	56
Çizelge: 35	Döküm Massesinin Özellikleri	57

BÖLÜM I

GENEL BİLGİLER

1.1.Kaolin Tanımı

Muayen ortam ve şartlarda yeraltı ve yerüstü sularının veya termal eriyiklerin andesit, dasit ve porfir gibi volkanik kayaları bozuşmaya uğratması (alternasyon) sonucu oluşan alüminyum hidrosilikat bileşiminde maddedir.

Yeraltı sularının ve asit bünyeli termal eriyiklerin etkisi ile alkali silikatlardan olan feldspatlar alkali metallerini ve kısmende silislerini kaybederler ve bileşimlerine su alarak yeni bir mineral kaolinit, durumuna geçerler. Kaolinin genel formülü $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ olmaktadır. Kaolinleşme olayına feldspatla birlikte bulunan kuvars, mika ve demirce zengin bazı mineraller de katılırlar. Diğer bir ismi de "China Clay" Çin Kili olan kaolinin ergime derecesi $1760^{\circ}C$ 'dir.

Kaolinin tepkimedeki şekli zayıf asit ve zayıf baz arasındadır. Kaolinin iki molekül kristal suyu içerir ve bu da yaklaşık %13,94'u bulur. $100^{\circ}C$ 'de higroskopik suyunu bırakır. Bünyesindeki molekül suyunun hepsini $500^{\circ}C$ 'de, atom şebekesinin parçalanmasıyla kaybeder.

Çizelge: 1 Kaolinin özellikleri

KİMYASAL ÖZELLİKLERİ

<u>Sınır Değerleri %</u>	<u>İdeal'de %</u>
Al ₂ O ₃ : 18-41	39.56
SiO ₂ : 43-70	46.5
CaO : 0-1	0.15
MgO : 0-1	0.24
K ₂ O : 0-1	0.49
Fe ₂ O ₃ : 0-0.5	0.05

FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ

Genelde Pişme Rengi	: 1300 C'de beyaz
Genelde Kuru Mukavemet	: 10-30 Kg/cm ²
Genelde Kuruma Çekmesi	: %1-5
Genelde Su Emme (1300 C'de)	: %25-30
Özgül Ağırlık	: 2,6

Kağıt Sanayinde kullanılan kaolinin özellikleri ise aşağıda verilmiştir. Çizelge 2'de kapsamıştır.

Çizelge: 2 Kağıt Sanayinde Kullanılan Kaolinin Özellikleri

<u>Özellik</u>	<u>Dolgu Kaolini. %</u>	<u>Kaplama Kaolini. %</u>
Al ₂ O ₃	24-41	34-41
SiO ₂	45	45
CaO	Maksimum 1	Maksimum 1
MgO	Maksimum 1	Maksimum 1
Fe ₂ O ₃	0,5	0,5
Ham Beyazlık	%80 Minimum	%80 Minimum
Aşınma Kaybı	50 Mg	15 Mg

Seramik Sanayinde kullanılan Kaolinlerin özellikleri Çizelge:3'de kapsanmıştır.

Çizelge: 3 Seramik Sanayinde Kullanılan Kaolinlerin Kimyasal Analizi, %

Hammadde	At.Z	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	TiO ₂
Plastik Kaolin	11-13	43-45	38-40	0-1	1-2	0-1	0-1	0-1	0-1
Silisli Kaolin	6-8	68-70	18-20	0-1	1-2	1-2	0-1	0-1	0-0.5
Demirli Kaolin	12-14	45-47	33-35	1-2	0-1	0-1	0-1	0-0.5	0-1

Kaolinler Seramikde massenin beyazlatıcısı olup iskeleti teşkil ederler. İyi bir kaolinde Al₂O₃ miktarı %39'dur.

Kaolinler genelde alkali feldspatların asidik etkilerle bozuşması sonucu ile pH=4-5 ortamında meydana gelirler. Kaolinlerde Al₂O₃/SiO₂ mol oranı 1/2'dir. Kimyasal bileşimi ise %39,56 Al₂O₃, %46,50 SiO₂ ve %13,94 H₂O'dur.

Seramik Sanayinde beyaz seramik ürünleri üretiminin temel hammaddesi olan kaolinin kullanılabilirliği;

- D.T.A. (Diferansiyel Termik Analizde) karakteristik kaolin piki vermesi,
- Demir, titan ve kükürt içeriklerinin düşük olması,
- Al₂O₃ içeriğinin mümkün mertebe yüksek olması ile değerlendirilir.

Pratikte kullanılan kaolinler genel olarak plastik veya plastik olmayan şeklinde iki sınıfa ayrılmaktadır.

1) Plastik Kaolinler

- Suda kolay dağılarak kararlı bir süspansiyon vermesi,
- Malzeme Kuru Mukavemetinin yüksek olması, (Takribi 30-40 Kg/cm²)
- Kolay şekillenebilen plastik bir çamur vermesi,
- Absorpsiyon kabiliyetinin yüksek olması ile tanımlanabilir.

Bu tip kaolinler genellikle çok ince taneli yapıdadır. Az plastik malzemeler filtre preslerle kek haline getirilebilirlerse de daha ince taneli kaolinler genellikle hidrosiklonlarda çeşitli tane iriliklerine göre ayrılarak sınıflandırılırlar.

2) Plastik Olmayan Kaolinler

a) Kuru ve pişme çekmeleri çok az,

b) Pişme beyazlığı mükemmel,

c) Kurutma yakınlığı çok iyi,

oldukları nisbette kullanılabilirler.

Bu tip kaolinler oldukça iri partiküler yapıda suda dağılmayan malzemelerdir. Reçetelerde dolgu malzemesi olarak kullanılır.

1.2. Kaolin Yataklarının Sınıflandırılması

Kaolinin oluştuğu ana kayaç, kompleks alumina silikatlardan oluşmaktadır. Bu alumina silikatlar ise aşınma sonunda hidrolize olmaktadır. Hidrolize olayı şöyle gelişmektedir. Alkali ve toprakalkali iyonlar çözünür tuzları oluşturarak çözünüp uzaklaşırlar. Geri kalan madde aluminyum silikat ve değişken birleşik ve yapısal silisyumdioksittir. Feldspat, mika, kuvars gibi henüz ayrılmamış olan kayaç artıkları da kaolinin bünyesinde kalırlar.

Kaolinin oluşum aşamaları;



Feldspat



Kaolin

1.3.Kaolin Yataklarında Bulunan Mineraller

Kaolin grubunda bulunan mineraller şunlardır:

a) Nakrit, dikiit, kaolinit ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$)

b)Anoksit ($Al_2O_3 \cdot 3SiO_2 \cdot 4H_2O$)

c)Halloysit ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 4H_2O$)

d)Allofan ($Al_2O_3 \cdot m SiO_2 \cdot nH_2O$)

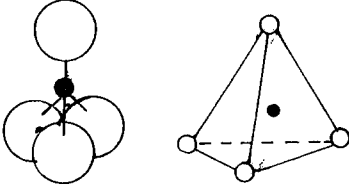
Kaolin genellikle çoğu plastik seramik hammaddelerin esas mineralidir. Su içeren bir alüminyum silikat olan kaolinit mineralojik olarak $Al_2(Si_2O_5)(OH)_4$ grubundan oluşur. Si_2O_5 grubu tipik olup yaprak veya kat dokusu silikatların belirtisidir.

Tüm silikatların esas yapıtaşı ortada silisyum iyonunun bulunduğu dört oksijen iyonlu bir tetrahedral (dört yüzlü) yapıdır. Merkezdeki Si iyonu (+4) değerli, -2 değerli dört komşu oksijen iyonlarının birer negatif valansları ile birleşir. Oksijen iyonlarının arasına sığabilen Si iyonu bozulmaz bir özellik gösteren $(SiO_4)^{-4}$ tetrahedralini oluşturur. (Resim: 1)

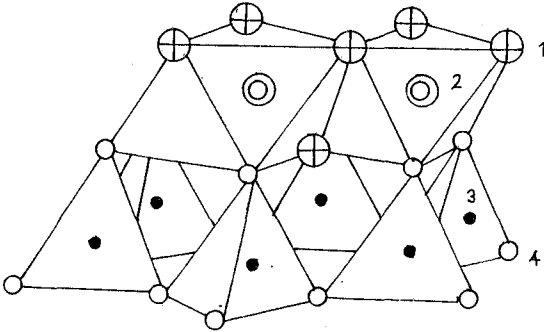
Kat dokulu silikatlarda bu $(SiO_4)^{-4}$ tetrahedrali sekizgen (oktahedral) dokulu ağda birleşir.

Kaolin mineral yapısı Resim:2'de görüldüğü gibi iki tabakalı olup, bu tabakalar tetrahedral ve oktahedral tabakalardır.

Resim: 1 $(\text{SiO}_4)^{-4}$ Tetrahedrali.



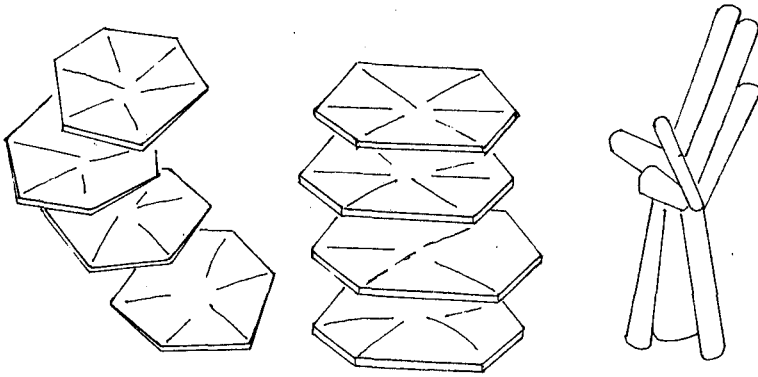
Resim: 2 Şematik Kaolinitik Strüktürü. (1.OH 2.Al 3.Si 4.O iyonları)



Kaolinitik tabakaları tam elastik (esnek) olmamakla birlikte bükülebilir özellik gösterirler. Mohs'a göre sertlikleri 2-3'dür. Boyu 1000-50000 Å kalınlıkları 200 Å dır. ($1\text{Å} = 10^{-8}\text{cm}$)

$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ bileşimi, kil cevheri minerali olarak adlandırılır. Halloysit minerolojik formülü $Al_2(Si_2O_5)_2 \cdot 2H_2O$ olan bir alüminyum silikat olup, ateşe dayanıklı killerin bünyesinde bulunur. Kaolinite oranla fazla olan $2H_2O$, 50-100 °C arasında kolayca atılır. Sertliği 1-2 Mohs olan Halloysit, diğer kil minerallerinin yaprak strukturuna karşın çubuk ve boru görünüşlü yapıya sahiptir. Çubuk yapıli taneciklerin çapları 400-700°A arasındadır. (Resim: 3) (Sümer, 1988).

Resim: 3 Nakrit ve Kaolinin (a ve b) altıgen tabakaları ve halloysitin (c) çubuk yapıli tanecikleri.



1.4. Dünya Kaolin Rezervleri ve Üretimi

Dünya ülkelerinin kaolin üretimi şirketler tarafından yürütölmekte olup belirtilen spesifikasyonlara göre üretimi yapılmaktadır. Ancak, dış ülkelerin üretimi ve rezervini gösterir güvenilir kaynaklar mevcut değildir.

En fazla kaolin üreten ülkeler; A.B.D., İngiltere, Rusya ve Çekoslavakya'dır.

Çizelge: 4 1985 Yılı Kaolin Üretimi (Dünya Maden Haberleri, 1985)

<u>Ülke</u>	<u>Üretim Miktarı (Ton)</u>
A.B.D	7.068.251
İngiltere	3.150.000
Rusya	2.900.000
İspanya	258.000
Yunanistan	40.000
İran	100.000
Çekoslavya	660.000
Güney Kore	658.282
Avusturya	500.844
Hindistan	764.000

1.5.Türkiye Kaolin Rezervleri ve Üretimi

Türkiye'de mevcut kaolin sahalarının cins, isim ve rezerv durumu şöyledir:

1)Mihallıçık Ahırözü Kaolini

Muhtemel görünür rezervi 1.600.000 tondur. Bu miktarın %85-90'ı sert kaolin (%17-20 Al_2O_3 'li) ve kalanı da yıkanabilir yumuşak kaolindir. Ayrıca, alunitli ve bentonitli kaoline de yer yer tesadüf edilmekteyse de arazideki dağılımları tesbit edilememiştir. Sert kaolinin atmosferik olaylarla yumuşadığı tesbit edilmiş olup, bu yönde çalışmaların geliştirilmesi gerekmektedir.

2)Mihallıçık Sazak Kaolini

Muhtemel görünür rezervi 50.000 tondur. Bu kaolin bentonitli olup, Seramik Sanayinde kullanılabilirliği tesbit edilmiştir.

3)Sındırgı Düvertepe Kaolini

Bu kaolin sahasında 4 tip kaolin bulunmakta olup, rezerv tesbit çalışmaları devam etmektedir. Aşağıda belirtilen rezerv miktarları tahmini olup %30 toleranslıdır.

3.1. Birinci Kalitede Sert Kaolin

Al_2O_3 oranı %24-28 arasında deęişmektedir. Rezervi 65.000 tondur.

3.2. İkinci Kalite Sert Kaolin

Al_2O_3 oranı %17-22 arasında deęişmekte olup rezervi 80.000 tondur.

3.3. Bentonitli Kaolin

Rezervi 3-4 bin dolayındadır.

3.4. Alunitli Kaolin

Rezervi 500.000 tondan fazladır. Birinci ve ikinci kalite sert kaolinler halen seramik fabrikalarında kullanılmaktadır. Bentonitli kaolinin bulunduğu mıntika tes-bit edilmiş olup, şimdilik buradan kaolin istihracı yapılmamaktadır. Alunitli kaolinin bulunduğu saha ise anılan 3 tip kaolinden ayrı bir sahada olup, zenginleştirmeden kullanılma olanağı yoktur.

Sındırgı Düvertepe kaolinlerinin teknolojik özelliklerinin deęerlendirme çalışmaları M.T.A. Enstitüsünce yapılmıştır. Bu çalışmalar özetlenirse;

Çizelge: 5 Sındırğı Düvertepe Kaolini M.T.A. Deęerlendirmesi Ara Raporu
Neticeleri;

1)KİMYASAL ÖZELLİKLERİ

<u>Element Oksit</u>	<u>%</u>
SiO ₂	52,5
Al ₂ O ₃	34,2
Fe ₂ O ₃	0,8
Na ₂ O	0,3
K ₂ O	0,1
CaO	0,3
TiO ₂	0,2
MgO	0,1
SO ₃	0,3

2) pH Deęeri: 8,0

3) Kuruma K   lmesi: %2,9

4)Pişme K   lmesi: %7,2 (1300 C'de)

5) Kuru Kırılma Dayanımı: 4,25 Kg/cm²

6)D  k m  zellięi: Elektrolit ilave ile d  k m  zellięi kazanıyor.

(Maden Tetkik Arama Enstit s , 1980)

4.Deresakarı Y ksek Silisli Kaolini

Tahmini rezervi 50.000 tondur. Al₂O₃ oranı %11-16 olan kaolinde yer yer karbonat bulunuyorsa da etken olmamaktadır.

5.Nevşehir Kaolinleri

M.T.A. Enstit s nce b lgedeki ruhsatlı 5 adet kaolin sahasında 300.000 ton dolayında bir kaolin rezervi tesbit edilmiřtir.

6.Aksaray Melendiz Kaolini

Aksaray Melendiz Dağında M.T.A. Enstitüsünce tesbit edilen Alunitli kaolin rezervi 2 milyon ton dolayındadır. Bu kaolindeki SO_3 miktarı %20'den fazla olup, kalsine edilerek veya başka bir metodla SO_3 uzaklaştırılırsa zenginleşmiş kaolin Elektroporselen üretimi için çok uygun bir hammadde olacaktır. Bu konuda Macar uzmanlarca çalışma yapılmaktadır. Macar uzmanlarının ifadesine göre SO_3 miktarı %20'den fazla olduğu için kalsine edilmesi mümkündür. Ayrıca kalsine edilmiş kaolinde çok yüksek Al_2O_3 ile birlikte yüksek K_2O (potasyum oksid) bulunacağından ideal bir elektroporselen hammaddesidir.

Bugüne kadar ülkemizde kaolin potansiyelini ortaya çıkaracak etüd yapılmamıştır. M.T.A. Enstitüsünün şimdiye kadar muhtelif zamanlarda yaptığı prospeksiyon ve mevzii etüdlere, görünür muhtemel rezervler tesbit edilmişse de, bunlar genelde "İşletilebilir Ekonomik Rezervi" ifade etmemektedir.

1990 yılı D.P.T. "Endüstriyel Hammaddeler Özel İhtisas Komisyonu" Raporunda Türkiye'de Seramikde kullanılabilir evsafda 2,2 milyon ton kaolin bulunduğu belirtilmektedir. Altıncı Beş Yıllık M.T.A. Raporuna göre bazı kaolin yataklarının rezervi aşağıda Çizelge:6'da kapsanmıştır.

Çizelge: 6 Kaolin Yatakları Rezervi

<u>Yatak Adı</u>	<u>Görünür ve Muhtemel Rezervi</u>
İstanbul-Arnavutköy	1.046.000 Ton
Eskişehir-Ahırözü	600.000 Ton
İstanbul-Şile	10.000.000 Ton
İstanbul-Ağaçlı	51.000.000 Ton
Uşak	8.000.000

M.T.A.'nın 1990 yılı Uzun Vadeli Büyük Maden Arama Projesi kaolin sahasında yapılacak etüdlere göre tesbit edilmesi beklenen rezervler üretim hedefleri ve yatırımların yıllara göre dağılımı aşağıdaki çizelgelerde kapsanmıştır.

Çizelge: 7 Kaolin Rezerv ve Üretim Durumları

<u>Bölge</u>	<u>Görünür Rezerv</u>	<u>Üretim Hedefi</u>
Balıkesir	4.500.000	220.000 Ton/Yıl
Bursa	3.100.090	75.000 Ton/Yıl
Eskişehir	3.500.000	35.000
Aksaray-Avonos	6.500.000	137.000
Kütahya	4.000.000	70.000
Uşak	4.000.000	35.000
Afyon	300.000	20.000
Çanakkale	2.000.000	110.000
Doğu Karadeniz	1.800.000	48.000
TOPLAM	30.000.000	750.000

Türkiye'de, Maden Kanunu ve Taşocağı işletme ruhsatlı 64 adet kaolin ocağı bulunmaktadır. Bunların dağılımı kaşağıda Çizelge: 8'de kapsanmıştır. (1982)

Çizelge: 8 İşletilen kaolin sahaları.

<u>Bölgesi</u>	<u>Kamu</u>	<u>Özel Sektör</u>
Balıkesir	11	15
Eskişehir	3	5
Kütahya	3	5
Nevşehir	2	5
Bilecik	2	5
İstanbul	—	—
Manisa	—	—
Uşak	—	5
Aydın	—	—
Sivas	—	—
Rize	—	3
Yozgat	—	—
Çanakkale	5	—
Ankara	—	—
TOPLAM	26	43

1.6. Kaolinin Değerlendirilmesi ve Kullanım Alanı

1.6.1. Üretim

Kaolin üretiminin %80'i açık işletme ile elde edilmektedir. Geçmiş yıllara ait Seramik Sektörü Hammadde üretimleri aşağıdaki Çizelge:9'da gösterilmiştir.

Çizelge: 9 Kaolin Üretim Durumu

<u>Kuruluş</u>	<u>1984</u>	<u>1985</u>	<u>1986</u>	<u>1987</u>	<u>1988</u>
Çitosan	10.800	12.880	18.886	26.782	31.060
Eczacıbaşı	4.694	3.482	3.552	5.683	7.104
Toprak	4.000	4.440	4.928	5.470	6.072
Çanakkale	6.000	6.660	7.393	8.206	9.100

Kaynak: İlgili Kuruluşlarca Derlenen Bilgilerden.

1.6.2. Dış Ticaret

Seramik Fabrikalarınınca dış ülkelerden halen kaolin ithal edilmektedir. İstanbul Porselen Fabrikası ile Kütahya Porselen Fabrikası halen İngiliz Watt Blakes firmasından plastik kaolen ithal etmektedir. Ayrıca, Eczacıbaşı-Doğa Esan firmasınınca kaolin ihraç edilmektedir.

1.6.3. Kullanım alanı

Kaolin öncelikle kağıt sahayinde, seramik sanayinde, gıda sanayinde ve tıpta kullanım alanı bulmaktadır. Kaolin Türkiye'de bugün öncelikle Seramik Sanayinde ve Kağıt Sanayinde kullanılmaktadır.

1.6.4. Fiyat durumu

Kaolin hammâdde fiyatları çıkartıldığı ocak yerine, uygulanan teknolojiye, sevkiyatın yapıldığı fabrikanın uzaklığına ve ocak işletmesi yapanın özel, kamu veya müteahhid oluşuna göre büyük farklılıklar göstermektedir. Ham kaolinin yıllara göre satış fiyat durumu aşağıdaki Çizelge: 10'da gösterilmiştir.

Çizelge: 10 Kaolin Satış Fiyat Durumu, TL/Ton

	<u>1984</u>	<u>1985</u>	<u>1986</u>	<u>1987</u>	<u>1988</u>
Ocak Fiyatı	14.000	17.000	20.000	24.000	29.000
Fabrika Fiyatı	16.000	20.000	22.000	27.000	34.000

KAYNAK: Firmalardan alınmıştır.

1.6.5. Türkiye kaolin ihtiyacı

Türkiye'nin 1988 yılı kaolin ihtiyacı, seramik fabrikalarına göre aşağıda Çizelge:12'de belirtilmiştir.

Çizelge: 12 Kaolin İhtiyacı Ton/Yıl

<u>Seramik Fabrikası</u>	<u>Ton/Yıl</u>
Yarımca Porselen Fabrikası	12.000
Bozüyük Seramik Fabrikası	32.000
Yıldız Porselen Fabrikası	160
Çanakkale Seramik Fabrikası	54.000
Eczacıbaşı Seramik Fabrikası	21.000
İstanbul Porselen Fabrikası	740
Kütahya Porselen Fabrikası	960
Uşak Porselen Fabrikası	12.000
Söğüt Seramik Fabrikası	12.000
Bilecik Seramik Fabrikası	10.000
Gorbon Işıl Fabrikası	2.000
Diğer Seramik Fabrikaları	2.000
Cam Sanayii	4.000
Diğer Sanayiler	10.000
TOPLAM	181.860

KAYNAK: DPT Beş Yıllık Kalkınma Komisyon Raporu (DPT, 1986)

1.6.6. Kaolin yatırım durumu

Yurt içinde bazı kuruluşlar kullandıkları kaolinleri yıkamak ve zenginleştirmek için tesis kurmuşlardır. Örneğin Kamu Yarımca Seramik Fabrikasında 1968 yılında ku-

bulmuş 15.000 Ton/Yıl kapasiteli kaolin yıkama tesisi mevcuttur. Eczacıbaşı, ESAN Şirketi 1976 yılında Bozüyük'te bir kil yıkama tesisi kurmuştur. Ayrıca, Kütahya-Emet Hisarönü'nde bir "Kaolin Hidrosiklon Yıkama Tesisi" kurulmuştur.

Çanakkale Seramik Fabrikaları "Hammadde Müdürlüğü" "Kaolin Zenginleştirme Tesisi" kurmayı düşünmektedirler. Ayrıca, SEREL Hammadde Şirketi "MATEL" Şirketi de Bilecik'de zenginleştirme tesisini kurmuştur.

1.7. Alunit Minerali

Alunit formülü $(KAl_3(OH)_6(SO_4)_2)$ olup kil ve kaolinle birlikte bulunur. Yapısı rombohedral olup her alüminyum atomuna bağlı dört (KOH) iyonu ve sülfat iyonlarından iki oksijene atomu vardır. Potasyum iyonları altı oksijen atomu ve altı (OH) grubu ile onikili koordinasyondadır. (Dear, 1967).

Alunit grubunda birçok mineraller vardır. Bunların üç önemlisi;

- 1) Alunit mineralinin kendisi $(KAl_3(OH)_6(SO_4)_2)$,
- 2) Demir izomorf, Jarosit $(Fe_3(OH)_6(SO_4)_2)$,
- 3) Sodyum Aluniti, $NaAl_3(OH)_6(SO_4)_2)$,

Alunitin yapısal sabiteleri şunlardır:

Sistemi : Rombohedral

Ekseni: $a=7.05 \text{ \AA}$

Açısı : $\alpha=59^\circ 02'$

Düzlem Grubu : R3m

$z=1$

Alunitik kaolin tuğla ve diğer seramik materyallerinin imalatında kullanılır. Alunit yüksek sıcaklıkta ayrışan alumina zengin materyal ve bakiyesi alkali oksid olup pişme çekmesi çok büyüktür. 550°C 'de ayrışarak sülfürtrioksid ve su çıkarır, ancak SO_3 çok yüksek sıcaklıklara kadar tamamen ayrışmaz.

ALUNIT DTA (Diferansiyel Termik Analizi)

- 570 °C'de Endotermik pik verir.
- 800 °C'de Endotermik pik verir.
- 985 °C'de Ekzotermik pik verir.

ALUNIT X-Işın Analizi

- x Eksenini boyunca $d=2,92$ $l=10$
- y Eksenini Boyunca $d=1,89$ $l=6$
- z Eksenini Boyunca $d=4,93$ $l=5$

ALUNIT ÖZELLİKLERİ

- Kristal Sistemi: Rombohedral
- Spesifik Gravite: 2,60
- Sertlik : 4
- Kırılma İndisi : 1,57
- Çift Kırılma: 0,020
- Girişim Şekli: Uniaks pozitif
- Kristal Formu : Kubik
- Rengi : Yok

1.8. Kaolin Cevherlerinin Zenginleştirilmesi

Seramik Sanayinde kaolinit grubu kaolin ve türlerini kapsamaktadır. Türkiye'de kaolinler üzerinde Yarımca Seramik Fabrikası ile Eczacıbaşı ESAN Bozüyük Tesisinde Kanal Yıkama Yöntemi ile ve Hisarönü Kütahya Emet Tesisinde hidrosiklon yöntemi ile yıkama yapılmaktadır. Bu yıkama projesi sonucunda kuvarz kumu çöktürülerek ayrıştırılmakta ve kaolin miktarı artırılmaktadır.

Kaolin Hammaddesine uygulanabilen cevher zenginleştirme yöntemleri şunlardır: (Atak, 1985) (Önal, 1985) (Geominco Raporu, 1977)

1.8.1. Kuru öğütme

Kaolinit materyali çeneli kırıcı, konik kırıcı, darbeli kırıcı ve değirmen kullanılarak ufalanmaya tabi tutulmakta ve tane boyularına göre sınıflandırma yapılmaktadır.

1.8.2. Mikser ile yaş dağıtma

Kaolin hammaddesi pervaneli mikser kullanılarak muayyen sürelerde ufalanmaya tabi tutulmakta ve tane boyutuna göre sınıflandırma yapılmaktadır.

1.8.3. Değirmende yaş öğütme

Kaolin materyali bilyalı değirmende yaş yöntem kullanılarak muhtelif sürelerde öğütülmekte ve tane boyutuna göre sınıflandırma yapılmaktadır.

1.8.4. Hidrosiklon

Kaolin hammaddesi su ile karıştırılarak Hidrosiklon Testine tabi tutulmaktadır. Bu prosesde materyal üst akım ve alt akım olarak ayrışmaktadır.

1.8.5. Flotasyon

Kaolin ve alunit içeren kaolinit materyali ayrı pulp yoğunluğunda farklı yüzdürücüler ve köpürtücüler kullanarak ayrıştırılmaktadır.

Flotasyon ile kaolinit ayrışımının boyut küçültmede sağlanan serbestleme derecesine bağlı olduğunu buldular. (Miller, Ackerman, 1980)

1.8.6. Aglomerasyon

100 Mesh elekden geçirilen Kaolinit materyali üzerinde oleik asid ve bastırıcı sodyum silikat kullanarak aglomerasyon uygulanmaktadır.

1.8.7. Kalsinasyon+Aglomerasyon

70 Mesh elekden geçirilen kaolin numuneleri üzerinde muhtelif reaktifler kullanılarak aglomerasyon uygulanmaktadır.

1.8.8.Flokulasyon

100 Mesh elekden geçirilen kaolin numuneleri üzerinde muhtelif reaktifler kullanılarak flokulasyon uygulanmaktadır.

1.8.9. Seçimli Flokulasyon

-20 mikron altına hazırlanan kaolinit numunesi reaktif kullanılarak seçimli olarak flokküle edilmektedir.

(Junchen, Zhang, 1984) 40% pulp yoğunluğunda hazırladığı piritli alunit ihtiva eden kaoline polyacrylamid ilave ederek seçimli flokulasyon uyguladı. Kaolin verimi 54.24% oldu ve elde edilen üründe terkip;

SO ₃	0.12 %	(Başlangıçta 1.73 %)
SiO ₂	45.86%	(Başlangıçta 45.40 %)
Al ₂ O ₃	37.56% oldu.	(Başlangıçta 35.11%)

(Ustaer, C. ve Guergey, 1982) çalışmalarında, alunit kaolinde seçimli flokulasyon ile etkili bir ayrışımın pH=11'de 0,5-1,0 saat sürede olduğunu ifade etmektedirler.

1.8.10.Çöktürme

100 Mesh elekden geçirilen kaolin numunesi üzerinde potasyum hidroksid ilavesi ile yapılmaktadır.

1.8.11.Kalsinasyon

Muhtelif tane boyutunda hazırlanan kaolinit numunesi 900 °C, 1000 °C, 1100°C ve 1200 °C'de ayrı temper süresi kullanarak ısı işlemine tabi tutulmaktadır.

1.8.12. Kimyasal işlem

Kimyasal işlem, alunitli kaolin numunesi üzerine sodyum klorür çözeltisi ilavesi ve ısıtılmasıyla olmaktadır.

1.8.13.Kalsinasyon+kimyasal işlem

Bu işlemde kaolin numunesi 200-700 °C arasında ısı işleme tabi tutulmakta ve bilahare kimyasal işlem uygulanmaktadır.

Rezervi büyük görünen Mustafa Kemal Paşa, Sındırgı-Balıkesir yöresine ait Alunitli Kaolin numunesi üzerinde uygulanan Kaolin zenginleştirme çalışmaları Bölüm: III'de detaylı olarak ele alınmıştır.

BÖLÜM II

2.ÇALIŞMALARDA KULLANILAN NUMUNENİN TANIMI

Bu tez çalışmasında alunitli kaolin numunesi olarak Balıkesir ili Mustafa Kemal Paşa ilçesi Sındırgı alunitli kaolin sahası numuneleri kullanılmıştır.

2.1.Kimyasal Analizi

Numune üzerinde yapılkimyasal analiz neticesi Çizelge: 13'de gösterilmiştir.

<u>Numune</u>	<u>Ortalama %</u>
Ateşde zaiyat	23.26
SiO ₂	43.80
Al ₂ O ₃	30.24
Fe ₂ O ₃	0.10
TiO ₂	0.44
CaO	0.36
MgO	0.16
Na ₂ O	0.60
K ₂ O	2.20
SO ₃	12.73

2.2.Diferansiyel Termik Analiz

Önce kırılan ve harman yapılan numunelerin kimyasal ve DTA (Diferansiyel Termik Analiz) testleri yapıldı. DTA eğrisi;

-Şekil:4. Kaolin Numune No. 1-DTA Eğrisi olarak gösterilmiştir.

DTA (Diferansiyel Termik Analiz) Eğrisi, numunede 570 °C'de ve 800 °C'de Endotermik ve 985 °C'de Eotermik pik vererek alunitli kaolin yapısı göstermiştir.

2.3. X-Işınları Difraktogramı

Numune üzerinde yapılan X-Işınları difraktogramı Şekil:5'de kapsamıştır.
X-Işınları Difraktogramı;

Alunit: $(\text{KAl}_3(\text{OH})_6(\text{SO}_4)_2)$

Kaolinit: $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Kuvarts : SiO_2

2.4. Petrografik Mikroskop Etüdü

Mikroskopik incelemelerin yapılması için cevher numunenin çeşitli bölümlerinden 6 numuneden ince kesitler hazırlanmış ve NIKON marka polarize mikroskopta incelenmiştir.

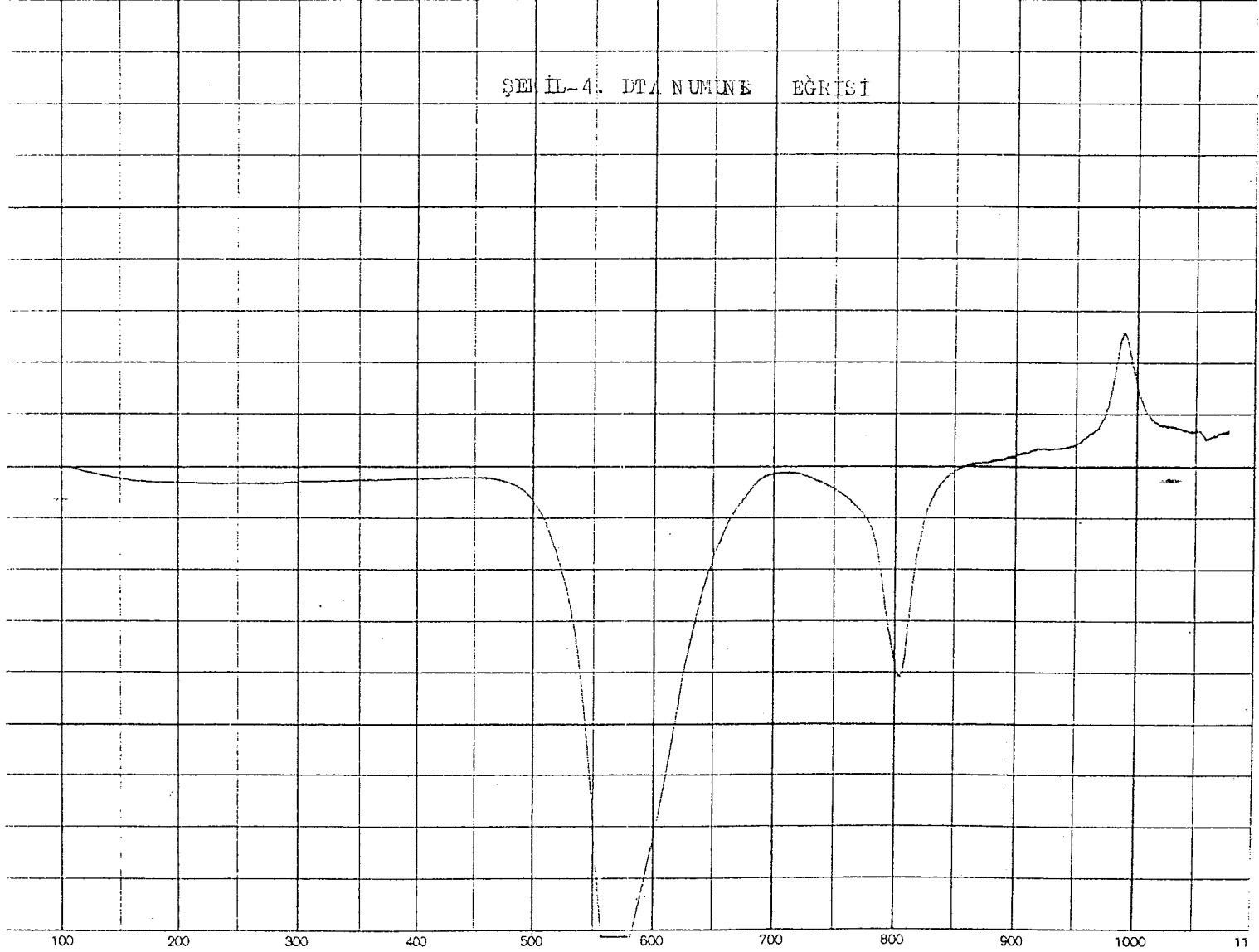
Yapılan incelemede numunenin aşağıda belirtilen minerallerden oluştuğu saptanmıştır:

- Çubuk şeklinde alunit ve kuvars kristalleri.
- Çubuk alunitler, biyotit kristalleri ve hamur.
- Boşluğu doldurmuş iri alunit kristalleri ve hamuru ornatmış ince alunit kristalleri.
- Kaolinize tufde iri alunit kristali ve opak mineraller.

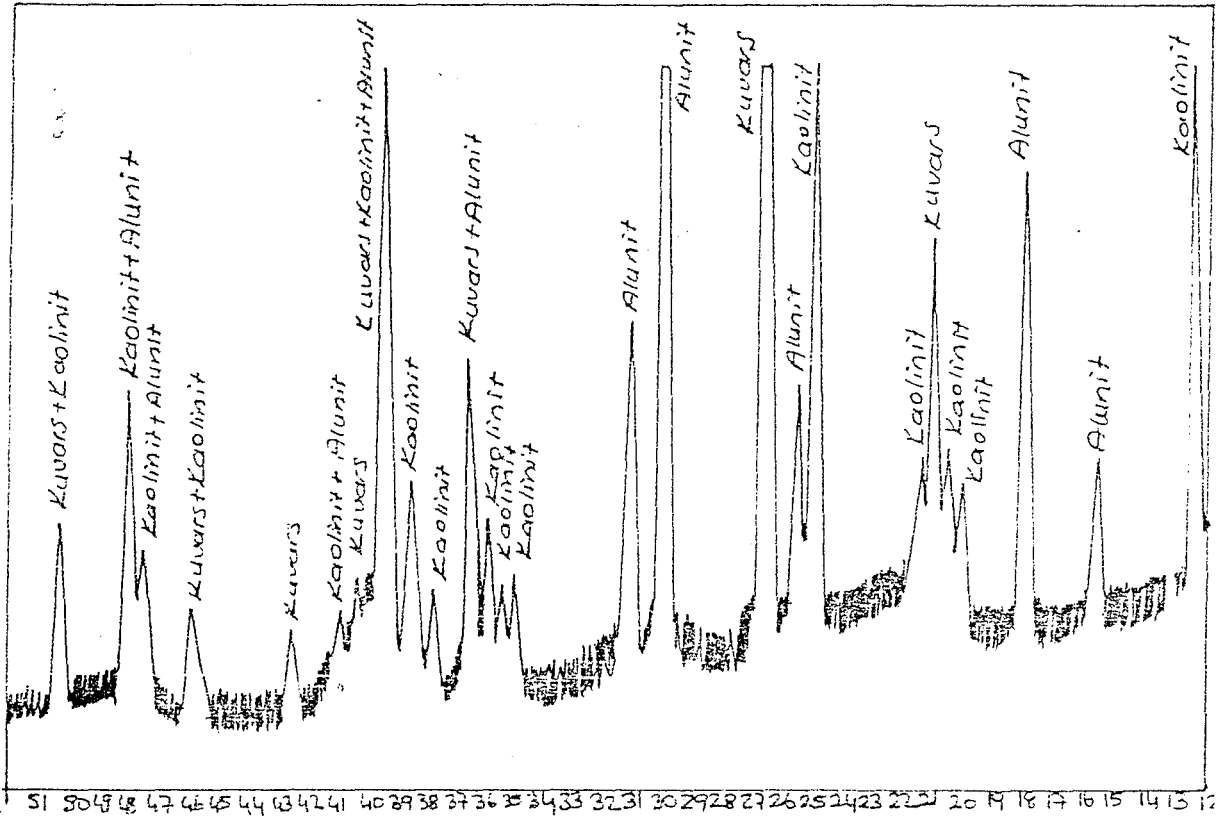
Test No: Alınılı Kordin
Date: 09/10/00
Operator: Balkan

Range: X'Var 0.1 u/cm 1 mu/K
Program: X'Cal 1 mu/cm 0.2 mu/m
Rate: _____

Sample (mg) or (mm): 200 mgr
Reference (mg) or (mm): 200 mgr
Remarks: _____



Şekil: 4 DTA Numune Eğrisi.



Şekil: 5 X-ışınları difraktogramı

Çubuk Şeklinde Alunit Kristalleri ve Şeffaf Kuvarz

Çubuk şeklindekiler alunit kristalleri olup tane büyüklüğü 13,3-64,1 mikron arasında değişmektedir. Alunit çevresindeki kristal şeffaf kuvarz kristalidir. (Fotoğraf: 1-2)

Çubuk Alunitler, Biyotit Kristali ve Hamur

Çubuk şeklindeki kristaller alunit kristali olup tane büyüklüğü 13,3-77,4 mikron arasında değişmektedir. Fotoğrafta tek olarak görünen kahverengi renkteki iri

kristal biyotit kristali olup tane büyüklüğünün Eni 42,7 mikron ve boyu ise 58,7 mikron olmaktadır. (Fotoğraf: 3-4)

Boşluğu Doldurmuş İri Alunit Kristalleri ve Hamuru Ornatmış İnce Alunit Kristalleri

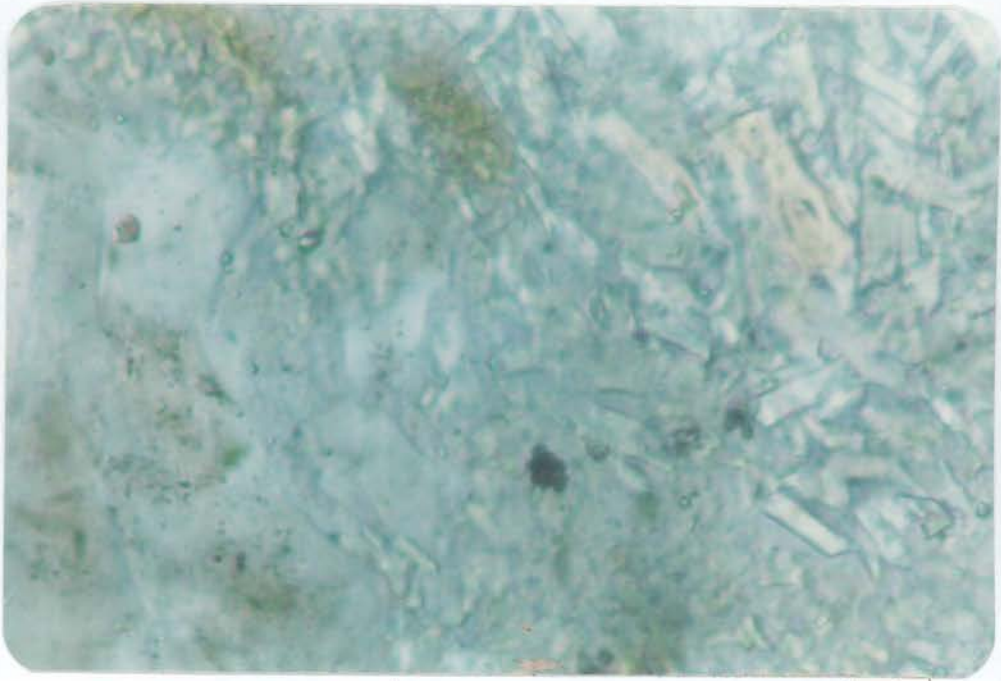
Fotoğrafta boşluğu doldurmuş iri alunit kristalleri olup tane büyüklüğü 34,7 mikron ile 69,4 mikron arasında değişmektedir. Fotoğrafta görünen diğer bölüm ise masseyi ornatmış ince alunit kristalleri olup tane büyüklüğü 10,7 mikron ile 21,4 mikron arasında değişmektedir. (Fotoğraf: 5)

Kaolinize Tüfde İri Alunit Kristali ve Opak Mineraller

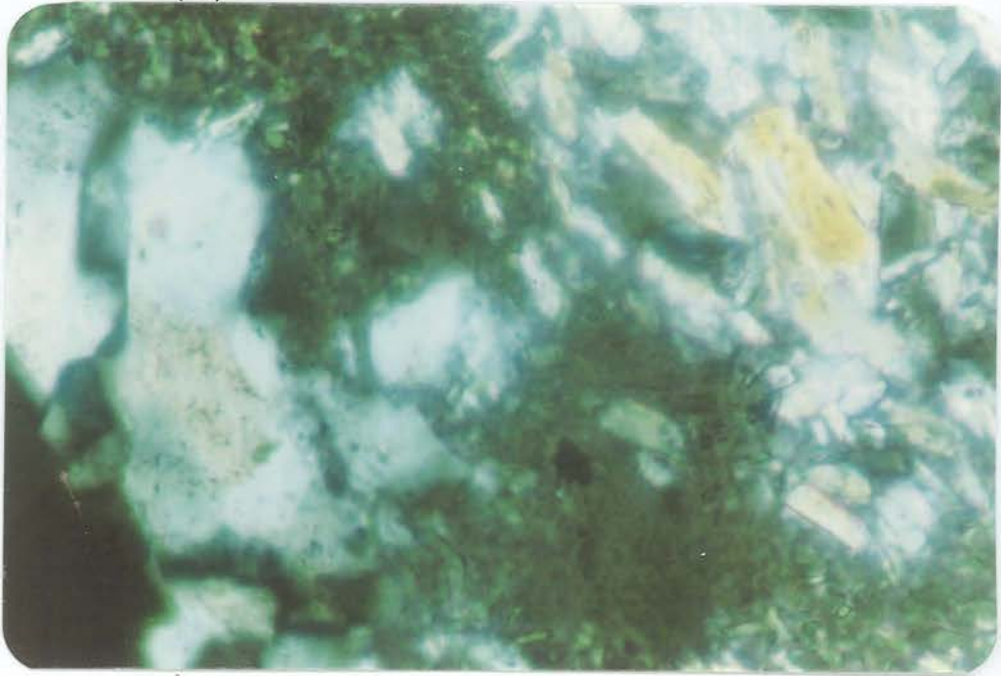
Fotoğrafta koyu renkte görünen tüfde iri alunit kristali olup tane büyüklüğü 149,5 mikron ile 202,98 mikron arasında değişmektedir. İri alunit kristali çevresindekiler opak minerallerdir. (Fotoğraf: 6)

Yorum

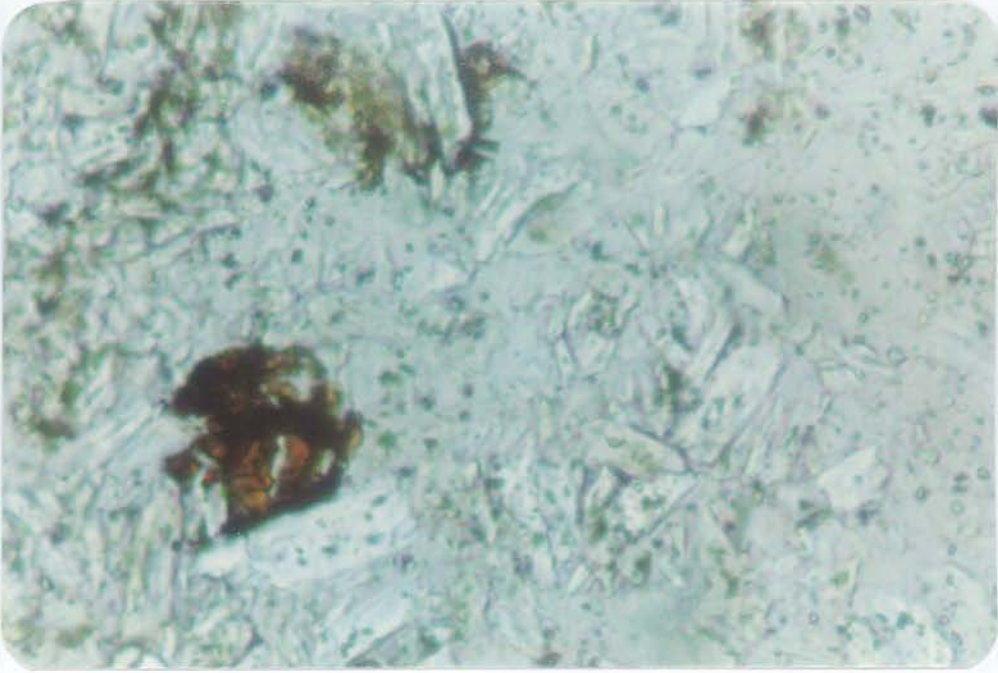
Petrografik mikroskopta fotoğraflarda tesbit edilen mikrokristalli alunitlerin tane büyüklüğü genelde 13,3 mikron ile 77,4 mikron arasında değişmektedir. Bu tane boyutlarının çok küçük olması serbestleme ile cevher zenginleştirme çalışmalarında netice alınamamasının başlıca nedeni olmuştur.

26,7 μ

Fotoğraf: 1 Tek nikolde çubuk şeklinde alunit kristalleri ve şeffaf kuvars.
(-N)

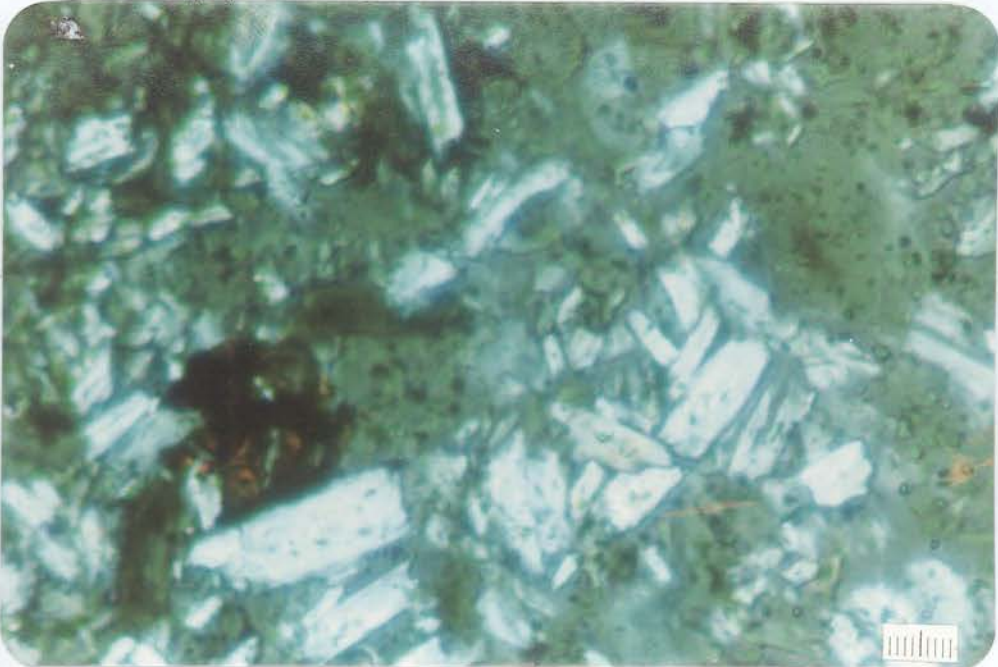
26,7 μ

Fotoğraf: 2 Çift nikolde çubuk şeklinde alunit kristalleri ve şeffaf kuvars.
(+N)

26,7 μ

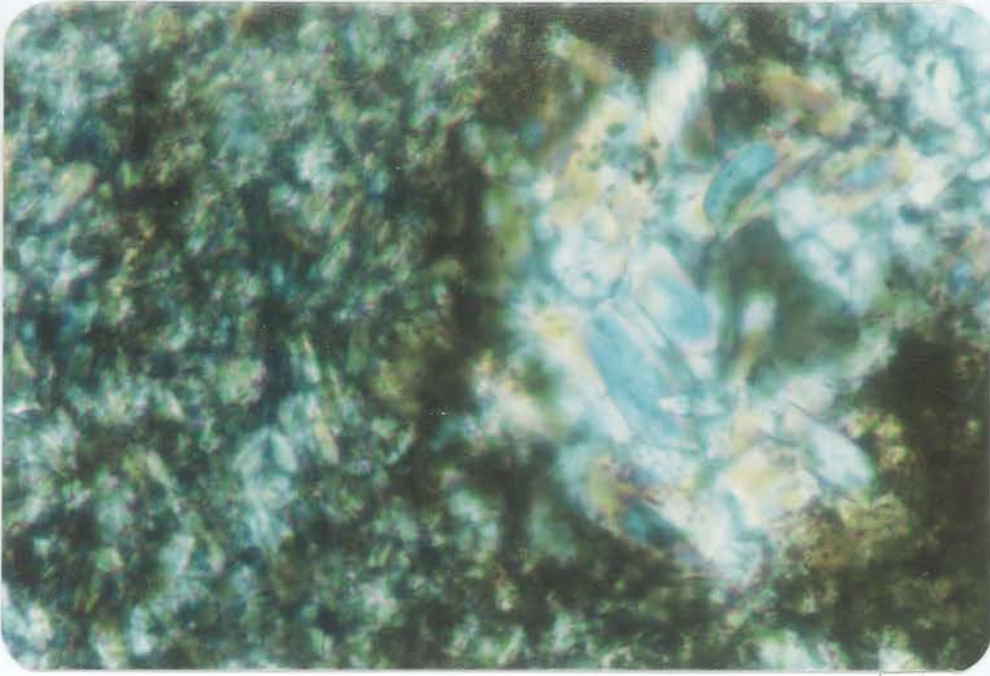
Fotoğraf: 3 Tek nikelde çubuk alunitler, biyotit kristali ve masse.

(-N)

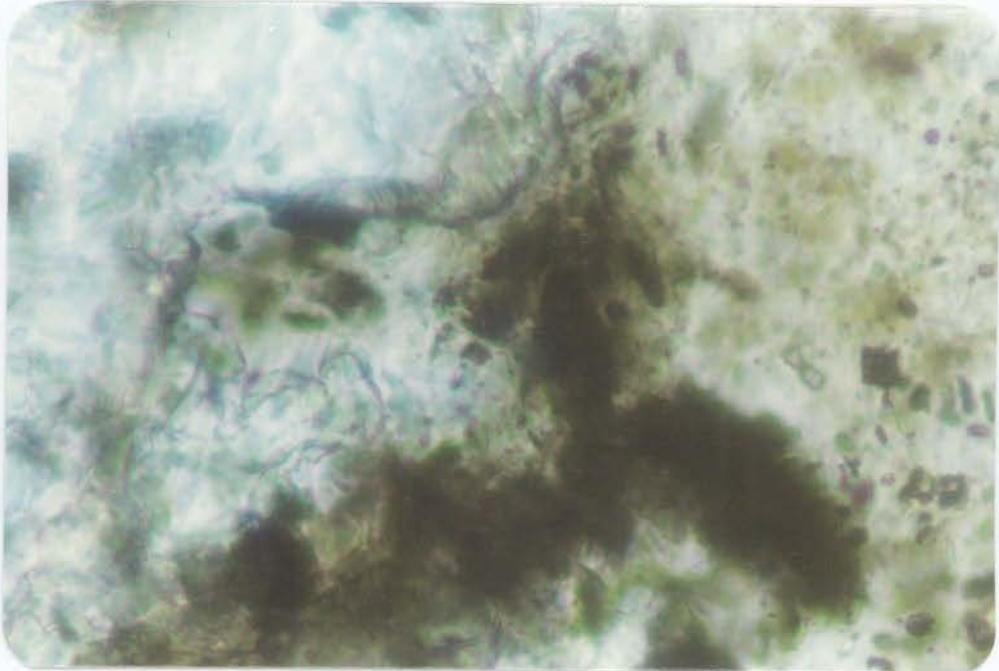
26,7 μ

Fotoğraf: 4 Çift nikelde çubuk alunitler, biyotit kristali ve hamur.

(+N)

26,7 μ

Fotoğraf: 5 Çift nikolde boşluğu doldurmuş iri alunit kristalleri ve hamuru ornatmış ince alunit kristalleri. (+N)

26,7 μ

Fotoğraf: 6 Tek nikolde kaolinize tufde iri alunit kristali ve opak mineraller. (-N)

BÖLÜM III

3.CEVHER ZENGİNLEŞTİRME ÇALIŞMALARI

Testler öncesi cevher hazırlama çalışması bir çene kırıcı kullanılarak tedrici olarak yapıldı. Balıkesir-Mustafa Kemal Paşa Sındırgı yöresinden alınan 3 ton materyal harmanlanarak homojene edildi. Kürekleme ve dörtleme yöntemiyle 300 Kg. numune ayrıldı.

300 Kg. cevher numune hazırlandıktan sonra "Cevher Zenginleştirme" çalışmalarına geçildi.

3.1.Kuru Öğütme Çalışması

300 Kg. numunenin bir kısmı önce çeneli kırıcıdan ve sonra konik kırıcıdan geçirilerek ufalandı. 6 adet elek fraksiyonunda elek analizi yapıldı. Neticeler çizelgelerde gösterilmiştir.

300 kg. numunenin geri kalan kısmı da şoklu kırıcıdan bir defa ve diğer çalışmada iki defa geçirilerek kırıldı. Numuneler elek analizine tabi tutuldu. Neticeler çizelgelerde gösterilmiştir.

Çizelge: 14 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Sonrası Kuru Elek Analizi
(-38,1 mm.)

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+19,05	4,810	55,03	—
-19,05+9,52	1,440	16,48	44,97
-9,52+4,76	0,645	7,38	28,49
-4,76+2,83	0,375	4,29	21,11
-2,883+2,00	0,150	1,72	16,82
-2,00	1,320	15,10	15,10
	8,740	100,00	

Çizelge: 15 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Sonrası Kuru Elek Analizi
(-19,05 mm. Elek)

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+9,52	4,570	54,37	—
-9,52+4,76	1,280	15,23	45,63
-4,76+2,83	0,595	7,08	30,40
-2,83+2,00	0,240	2,86	23,32
-2,00+1,02	0,430	5,12	20,46
-1,02	1,290	15,34	15,34
	8,405	100,00	

Çizelge: 16 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Sonrası Kuru Elek Analizi
(-9,52 mm. Elek)

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+4,76	2,900	51,19	—
-4,76+2,83	0,820	14,48	48,81
-2,83+2,000	0,235	4,15	34,33
-2,00+1,02	0,480	8,47	30,18
-1,02+0,60	0,320	5,65	21,71
-0,60	0,910	16,06	16,06
	5,665	100,00	

Çizelge: 17 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Sonrası Kuru Elek Analizi
(-4,76 mm.)

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+2,83	2,350	41,08	—
-2,83+2,000	0,730	12,76	58,92
-2,00+1,02	0,920	16,08	46,16
-1,02+0,60	0,530	9,27	30,08
-0,60+0,43	0,330	5,77	20,81
-0,43	0,860	15,04	15,04
	57,20	100,00	

Çizelge: 18 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Sonrası Kuru Elek Analizi
(-2,83 mm.)

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+2,000	0,580	15,10	—
-2,000+1,02	1,340	34,90	100
-1,02+0,60	0,610	15,89	50,00
-0,60+0,43	0,360	9,38	34,11
-0,43+0,25	0,590	15,37	24,73
-0,25	0,360	9,36	9,36
	3,840	100,00	

Çizelge: 19 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Sonrası Kuru Elek Analizi
(-1.02 mm. Elek)

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+0,200	1,560	41,11	—
-0,250+0,150	735	19,37	58,89
-0,150+0,120	620	16,34	39,52
-0,120+0,102	270	7,11	23,18
-0,102+0,088	150	3,95	16,07
-0,088	460	12,12	12,12
	3,795	100,00	

Çizelge: 20 Şoklu Kırıcı Birincil Geçiş Sonrası Kuru Elek Analizi

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+9,52	1,140	22,55	—
-9,52+4,76	1,360	26,91	77,45
-4,76+2,83	0,675	13,35	50,54
-2,83+2,00	0,360	7,12	37,19
-2,00+1,02	0,415	8,21	30,07
-1,02+0,60	0,300	5,94	21,86
-0,60+0,43	0,220	4,35	15,92
-0,43+0,25	0,315	6,23	11,57
-0,25	0,270	5,34	5,34
	5,0550	100,00	

Çizelge: 21 Şoklu Kırıcı İkincil Geçiş Sonrası Kuru Elek Analizi

Elek Ebadı (mm)	Ağırlık (Gr)	Ağırlık %	Kümülatif % Elek Altı
+4,760	1,655	36,49	—
-4,760+2,830	810	17,86	63,51
-2,830+2,000	265	5,84	45,65
-2,000+1,020	535	11,80	39,81
-1,020+0,600	395	8,71	28,01
-0,600+0,430	215	4,74	19,30
-0,430+0,250	405	8,93	14,56
-0,250	255	5,62	5,63
	535	100,00	

Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı ile kuru öğütme fraksiyonları üzerinde yapılan (SO_3) tayinleri aşağıdaki Çizelge:22'de ve şoklu kırıcı kuru öğütme fraksiyonları üzerinde yapılan (SO_3) tayinleri aşağıdaki Çizelge: 23'de kapsamıştır.

Çizelge: 22 Çeneli Kırıcı+Konik Kırıcı Kuru Öğütme Sonrasında Üzerinde (SO_3) Tayini

Numune Adı	% SO_3
-38,1 mm.	13,37
-19,05 mm.	13,17
-9,52 mm.	12,44
-4,76 mm.	12,91
-2,83 mm.	12,72
-1,00 mm.	13,37

Çizelge: 23 Şoklu Kırıcı Kuru Kırma Sonrasında (SO_3) Tayini

Numune Adı	% SO_3
Şok Birincil (+4.000 mm.)	13,11
Şok Birincil (+2.750 mm.)	13,17
Şok Birincil (-9.520 mm.)	13,26
Şok Birincil (+2.000 mm.)	12,87
Şok Birincil (+0.430 mm.)	12,63
Şok Birincil (+0.600 mm.)	12,91
Şok Birincil (+0.250 mm.)	13,00
Şok Birincil (-0.250 mm.)	12,52
Şok Birincil (-1.020 mm.)	12,50
Şok Birincil (+1.020 mm.)	13,27
Şok İkincil (+4.000 mm.)	12,59
Şok İkincil (+2.000 mm.)	13,04
Şok İkincil (+2.750 mm.)	13,23
Şok İkincil (+1.0200 mm.)	13,37

3.2. Mikser ile Yaş Dağıtma Çalışması

1 Kg. olarak alınan numuneler 1 litre su ile mikser içine konarak 3 işlem yapıldı. Karıştırma işlemi için 300 Devir/Dakika hızındaki laboratuvar karıştırıcısı kullanıldı.

- a) Birinci işlemde 10 dakika karıştırma yapılarak Elek Analizi yapıldı.
- b) İkinci işlemde 20 dakika karıştırma yapılarak Elek Analizi yapıldı.
- c) Üçüncü işlemde 30 dakika karıştırma yapılarak Elek Analizi yapıldı. Bilahare numuneler üzerinde (SO_3) tayinleri yapılmış olup neticeleri Çizelge: 24'de gösterilmiştir.

Çizelge: 24 Mikser ile Yaş Dağıtma Çalışmaları Sonuçları

<u>Boyut. mm.</u>	10 Dakika			20 Dakika			30 Dakika		
	<u>Ağ. %</u>	<u>SO₃ %</u>	<u>Dağılımı . %</u>	<u>Ağ. %</u>	<u>SO₃ %</u>	<u>Dağılımı . %</u>	<u>Ağ. %</u>	<u>SO₃ %</u>	<u>Dağılımı . %</u>
+0.150	55.0	11,16	50,91	53,0	13,42	57,90	49,2	10,56	50,08
-0.150+0.120	2.2	12,53	2,29	0,3	10,13	0,08	2,6	10,88	2,73
-0.120+0.102	1.2	10,15	1,01	0,2	11,06	0,18	2,0	10,52	2,03
-0.102+0.088	1.2	11,97	1,19	0,4	10,74	0,35	1,0	11,51	0,14
-0.088+0.060	2.0	13,32	2,21	0,3	13,11	0,11	1,8	10,90	1,89
-0.060	38.4	13,31	42,39	45,8	11,10	41,38	43,4	10,31	43,13
Besleme	100.0	12,05	100,0	100,0	12,33	100,0	100,0	10,47	100,0

3.3.Değirmende Yaş Öğütme Çalışması

Değirmenlere yaş olarak konulan Alunitli Kaolin 30 dakika, 60 dakika ve 90 dakika öğütüldü. Sonra Elek Analizleri ve (SO₃) tayini yapıldı.

Değirmende yaş öğütme çalışmaları neticeleri Çizelge: 25'de kapsamıştır.

Çizelge: 25 Değirmende Yaş Öğütme Çalışması Sonuçları

<u>Boyut. mm.</u>	30 Dakika			60 Dakika			90 Dakika		
	<u>Ağ.%</u>	<u>SO₃.%</u>	<u>Dağılımı .%</u>	<u>Ağ.%</u>	<u>SO₃.%</u>	<u>Dağılımı .%</u>	<u>Ağ.%</u>	<u>SO₃.%</u>	<u>Dağılımı .%</u>
+0,150	14,9	9,96	16,40	13,9	8,60	12,89	3,0	11,28	3,17
-0,150+0,120	19,7	8,29	18,07	4,8	6,72	2,90	7,5	7,66	5,39
-0.120-0,102	11,3	8,38	10,48	4,9	10,36	5,48	9,8	12,38	11,38
-0,102+0,088	1,7	10,51	1,98	1,4	8,49	1,28	5,8	12,00	6,53
-0,088+0,075	2,3	9,10	2,32	4,2	11,05	5,00	6,7	11,94	7,50
-0,075+0,060	6,6	13,40	9,79	9,6	12,16	12,59	12,9	12,72	15,39
-0,060	43,5	8,51	40,96	61,2	9,07	59,86	54,3	9,94	50,64
Besleme	100,0	9,04	100,0	100,0	9,27	100,0	100,0	11,13	100,0

3.4. Hidrosiklon Testi

Hidrosiklon testi için 6 Kg. kuru numune ile 6 litre su karıştırılarak Hidrosiklon Testi uygulandı.

Üst Akım ile Alt Akım Madde Balansı ile (SO_3) neticesi aşağıdaki Çizelge:26'da gösterilmiştir.

Çizelge: 26 Hidrosiklon Testi Sonuçları

Ürün	Ağırlık,%	SO_3 ,%	Dağılım, %
Üst Akım	65,7	13,62	64,48
Alt Akım	34,3	14,37	35,52
Giriş (Besleme)	100,0	13,87	100,0

3.5. Flotasyon Deneyi

DENEY KOŞULLARI

FLOTASYON TESTİ NO.1

- 1)Yüzdürücü: Armac-T (5 ml)
- 2)Köpürtücü: Flotanol (3 damla)
- 3)Pulp Yoğunluğu: %10
- 4)Batan Kısım: 48 gm (%68,6)
- 5)Yüzen Kısım: 22 gm. (%31,4)
- 6)Çalışılan pH : 3.0
- 7)Kıvamlaşma Zamanı: 10 dakika

FLOTASYON TESTİ NO.2

- 1)Yüzdürücü : Armac-T (6 ml)
- 2)Köpürtücü : Flotanol (3 Damla)
- 3)Pulp Yoğunluğu: %10
- 4)Batan Kısım : 47 gm (%69,1)
- 5)Yüzen Kısım : 21 gm (%30,9)
- 6)Çalışılan pH : %2.0
- 7)Kıvamlama Zamanı : 10 Dakika

FLOTASYON TESTİ NO.3

- 1)Yüzdürücü : Armac-T (5 ml)
- 2)Köpürtücü : Flotanol (4 Damla)
- 3)Pulp Yoğunluğu : %10
- 4)Batan Kısım : 48 gm (62.3)
- 5)Yüzen Kısım : 29 gm (%37,7)
- 6)Çalışılan pH : 2.0
- 7)Kıvamlama Zamanı : 10 Dakika

FLOTASYON TESTİ NO.4

- 1)Yüzdürücü : Armac-T (6 ml)
- 2)Köpürtücü : Flotanol (3Damla)
- 3)Pulp Yoğunluğu : %15
- 4)Batan Kısım : 63 gm (%48,8)
- 5)Yüzen Kısım : 66 gm (%51,2)
- 6)Çalışılan pH : 2,0
- 7)Kıvamlama Zamanı : 10 Dakika

FLOTASYON TESTİ NO.5

- 1)Yüzdürücü : Armac-T (5 ml)
- 2)Köpürtücü : Flotanol (4 Damla)
- 3)Pulp Yoğunluğu : %20
- 4)Batan Kısım : 119 gm (%66,1)

- 5)Yüzen Kısım : 61 gm (%33,9)
- 6)Çalışılan pH : 2.0
- 7) Kıvamlama Zamanı : 10 dakika

FLOTASYON TESTİ NO.6

- 1)Yüzdürücü : Armac-T (5 ml)
- 2)Köpürtücü : Flotanol (4 Damla)
- 3)Pulp Yoğunluğu : %25
- 4)Batan Kısım : 930 gm (%39,6)
- 5)Yüzen Kısım : 142 gm (%60,4)
- 6)Çalışılan pH : 2.0
- 7)Kıvamlama Zamanı : 10 Dakika

FLOTASYON TESTİ NO.7

- 1)Yüzdürücü : Armac-T (4 ml)
- 2)Köpürtücü : Flotanol (5 Damla)
- 3)Pulp Yoğunluğu : %30
- 4)Batan Kısım : 96 gm (%35,3)
- 5)Yüzen Kısım : 176 gm (%64,7)
- 6)Çalışılan pH: 2.0
- 7)Kıvamlama Zamanı : 10 Dakika

FLOTASYON TESTİ NO.8

- 1)Yüzdürücü: Oleik Asid
- 2)Köpürtücü : Dow Froth 250
- 3)Pulp Yoğunluğu : %20
- 4)Tane Boyutu : -70 Mesh
- 5)Batan Kısım : 105 gm (%52,5)
- 6)Yüzen Kısım : 95 gm (%47,5)
- 7)Çalışılan pH: 10,0
- 8)Kıvamlama Zamanı: 10 Dakika

FLOTASYON TESTİ NO.9

- 1)Yüzdürücü : Oleik Asid
- 2)Köpürtücü : Dow Froth 250
- 3)Pulp Yoğunluğu : %20
- 4)Tane Boyuu : -400 Mesh
- 5)Batan Kısım : 65 gm (%32,5)
- 6)Yüzen Kısım : 135 gm (%67,5)
- 7)Çalışılan pH: 10,0
- 8)Kıvamlama Zamanı : 10 Dakika

Yukarıda belirtilen 9 adet Flotasyon Testi neticesinde elde edilen Yüzen ve Batan Kısımlar üzerinde (SO₃) alunit analizleri yapıldı. Analiz neticeleri ağırlık %'si ile birlikte aşağıdaki Çizelge:27'de kapsanmıştır.

Çizelge: 27 Flotasyon Testleri Sonuçları

<u>Deney No</u>	Batan			Yüzen			Toplam		
	<u>Ağ.%</u>	<u>SO₃.%</u>	<u>Dağılımı .%</u>	<u>Ağ.%</u>	<u>SO₃.%</u>	<u>Dağılımı .%</u>	<u>Ağ.%</u>	<u>SO₃.%</u>	<u>Dağılımı .%</u>
1-	68,6	8,36	56,96	31,4	13,80	43,04	100,0	10,07	100,0
2-	69,1	11,36	65,60	30,9	13,32	34,40	100,0	11,97	100,0
3-	62,3	10,02	55,23	37,7	13,42	44,77	100,0	11,30	100,0
4-	48,8	12,24	44,38	51,2	14,62	55,62	100,0	13,46	100,0
5-	66,1	12,79	64,31	33,9	13,74	35,69	100,0	13,05	100,0
6-	39,6	11,32	34,29	60,4	14,22	65,71	100,0	13,07	100,0
7-	35,3	11,92	32,54	64,7	13,48	67,46	100,0	12,93	100,0
8-	52,5	10,51	46,88	47,5	13,16	53,12	100,0	11,77	100,0
9-	32,5	10,59	27,18	67,5	13,66	72,82	100,0	12,66	100,0

3.6.Aglomerasyon Deneyi

Aglomerasyon tane büyüme demektir. Bu deneyde bazı minerallere karşı selektif olan ve su ile karışmayan ikinci bir sıvı kullanılmaktadır. Bu sıvı selektif olarak mineralleri birbirine bağlamaktadır. 100 Mesh Elekden geçirilen numuneler üzerinde aşağıda belirtilen Aglomerasyon Testleri yapıldı.

AGLOMERASYON TESTİ.1

- 1) Numune: 100 Gr. Hammadde
- 2) 15ml Gazyağı
- 3) 15 damla Oleik asid
- 4) %4,6 Bastırıcı Sodyum Silikat
- 5) Bazik ortamda çalışıldı. (pH=10,0)
- 6) NETİCE: Selektivite elde edilemedi.

AGLOMERASYON TESTİ.2

- 1) Numune : 100 Gr. Hammadde
- 2) 15 ml. Gazyağı
- 3) 15 Damla Oleik Asid.
- 4) Asidik ortamda çalışıldı. (pH=2,0)
- 5) Sodyum Silikat bastırıcı olarak kullanıldı.
- 6) NETİCE: Selektivite elde edilemedi.

AGLOMERASYON TESTİ.3

- 1) Numune: 100 Gr. Hammadde.
- 2) 15 ml. Gazyağı.
- 3) 30 Damla Oleik Asit.
- 4) Asidik ortamda çalışıldı. (pH=3,0)
- 5) Sodyum silikat bastırıcı olarak kullanıldı.
- 6) NETİCE: Selektivite elde edilemedi.

AGLOMERASYON TESTİ.4

- 1) Numune: 100 Gr. Hammadde.
- 2) 15 ml. Gazyağı.
- 3) 30 Damla Oleik Asid.
- 4) pH=7 ile çalışıldı.
- 5) Sodyum Silikat bastırıcı olarak kullanıldı.
- 6) NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

AGLOMERASYON TESTİ.5

- 1) Numune: 100 Gr. Hammadde
- 2) 15 ml. Gazyağı.
- 3) Reaktif olarak Flotal-b ilavesi yapıldı.
- 4) Birkaç damla olarak asid ilavesi yapıldı. (pH=4,0)
- 5) Bastırıcı olarak sodyum silikat ilavesi yapıldı.
- 6) NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

AGLOMERASYON TESTİ.6

- 1) Numune: 100 Gr. Hammadde.
- 2) 15 ml. gazyağı ilavesi.
- 3) F-850749 Amin ilavesi yapıldı.
- 4) Sodyum Hidroksid ilavesi yapıldı. (pH=11,0)
- 5) NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

AGLOMERASYON TESTİ.7

- 1) Malzeme: 100 Gm. Kalsine madde.
- 2) 15 ml. gazyağı ilavesi yapıldı.
- 3) 30 damla oleik asid ilavesi yapıldı.
- 4) Asidik ortamda çalışıldı. (pH=5,0)
- 5) Sodyum silikat bastırıcı olarak kullanıldı.
- 6) NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

3.7.Kalsinasyon+Aglomerasyon

70 Mesh (0,2 mm.) elekden geçirilen numuneler üzerinde önce muhtelif sıcaklıklarda kalsinasyon ve sonra agglomerasyon deneyleri yapıldı. Özet olarak;

- a)200 °C Kalsinasyon + Agglomerasyon
- b)300 °C Kalsinasyon + Agglomerasyon
- c)400 °C Kalsinasyon + Agglomerasyon
- d)500 °C Kalsinasyon + Agglomerasyon
- e)600 °C Kalsinasyon + Agglomerasyon
- f)700 °C Kalsinasyon + Agglomerasyon
- g)800 °C Kalsinasyon + Agglomerasyon

denemeleri yapıldı.

Neticede selektif bir ortam oluşturulamadı.

3.8. Flokulasyon Deneyi

100 Mesh elekden geçirilen numuneler üzerinde aşağıda belirtilen Flokulasyon testleri yapıldı.

FLOKULASYON TESTİ. 1 (F1)

- 1) Numune : 100 gm.
- 2)Polietilen Oksid ilavesi yapıldı.
- 3)Asidik ortamda çalışıldı.
- 4)NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

FLOKULASYON TESTİ.2 (F2)

- 1)Numune : 100 Gm
- 2)Separan AP 273 ilavesi yapıldı.
- 3)Bazik ortamda çalışıldı.
- 4)Seçimlik elde edilemedi.

FLOKULASYON TESTİ.3 (F3)

- 1) Numune : 100 Gm
- 2) Cyanamid Superfloc/A 137
- 3) Notür ortamda çalışıldı.
- 4) NETİCE: Selektivite elde edilemedi.

Flokulasyon Testleri sonunda elde edilen numuneler üzerinde yapılan (SO₃) analizleri aşağıdaki Çizelge:28'de kapsamıştır.

Çizelge: 28 Flokulasyon Testi Sonuçları

<u>Test No</u>	<u>NUMUNE</u>	<u>%SO₃</u>
	-400 Mesh (-0.038 mm.)	
1-	-400 Mesh Düz Yüzen	13,38
2-	-400 Mesh Düz Batan	13,40
3-	-400 Mesh Polietilen Çöken	12,95
4-	-400 Mesh Separan AP273 Çöken	14,10
5-	-400 Mesh Cyanamid A-137 Çöken	13,28
6-	-400 Mesh/10 Dakika Öğütme/Düz Çöken	12,40
7-	-400 Mesh/10 Dakika Öğütme/Düz Yüzen	12,56
8-	-400 Mesh/10 Dakika Öğütme/Separan AP273 Çöken	12,80
9-	-400 Mesh/10 Dakika Öğütme/Cyanamid A-137 Çöken	12,30
10-	-400 Mesh/10 Dakika Öğütme/Polietilen ile Çöken	12,25
11-	-400 Mesh/20 Dakika Öğütme/Düz Yüzen	12,75
12-	-400 Mesh/20 Dakika Öğütme/Düz Çöken	12,50
13-	-400 Mesh/20 Dakika Öğütme/Polietilen Çöken	12,70
14-	-400 Mesh/20 Dakika Öğütme/Cyanamid A-137 Çöken	12,60
15-	-400 Mesh/20 Dakika Öğütme/Seperan AP273 Çöken	12,75
16-	-400 Mesh/30 Dakika Öğütme/Düz Yüzen	12,59
17-	-400 Mesh/30 Dakika Öğütme/Düz Çöken	12,54
18-	-400 Mesh/30 Dakika Öğütme/Separan AP273 Çöken	11,32
19-	-400 Mesh/30 Dakika Öğütme/Polietilen Çöken	11,80
20-	-400 Mesh/30 Dakika Öğütme/Cyanamid A-137	12,96
21-	-400 Mesh/40 Dakika Öğütme/Düz Yüzen	12,22
22-	-400 Mesh/40 Dakika Öğütme/Düz Çöken	11,70
23-	-400 Mesh/40 Dakika Öğütme/Seperan AP 273 Çöken	11,72
24-	-400 Mesh/40 Dakika Öğütme/Polietilen/Çöken	10,68
25-	-400 Mesh/40 Dakika Öğütme/Cyanamid A-137 Çöken	12,26

3.9. Flokulasyon Deneyi

- 1)Alunitli Kaolin 1,6 mm'ye kırılarak 1000 gm. hazırlandı.
- 2)%40 pulp yoğunluğunda hazırlandı.
- 3)Dispersive madde olarak Cam Suyu ilave yedildi. (Bome 40)
- 4)Çözelti xFD5-63 Flotasyon Makinası ile 7m/saniye hızda bir saat karıştırıldı.
- 5)Su ilave edildi ve elekden geçirildi.
- 6)Elek üzerinde kalanlar süfidleri atmak için yüzdürüldü.
- 7)Elek Altı kısma cam suyu ilave edildi ve +20 mikron kısmı alındı.
- 8)-20 mikron numune selektif olarak flokkule edildi ve askı maddesi mikser ile karıştırıldı. Polyakrilamid flokulanı ilave edildi. Bu anda kaolin flokkulanları selektif olarak çöktürülmeye çalışılırken alunit askıda tutulmaya çalışıldı.
- 9)NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

3.10.Çöktürme Deneyi

100 Mesh elekden geçirilen numuneler üzerinde (KOH Çözeltisi) ilavesi ile belirtilen çöktürme deneyleri yapıldı.

ÇÖKTÜRME DENEYİ.1 (6a)

- 1)Numune: 100 Gm.
- 2)Potasyum Hidroksid ilavesi (2 cc) yapıldı.
- 3)pH=9,0'da çalışıldı.
- 4)NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

ÇÖKTÜRME DENEYİ.2 (6b)

- 1)Numune: 100 Gm.
- 2)Potasyum Hidroksid ilavesi (4 cc) yapıldı.
- 3)pH=10'da çalışıldı.
- 4)NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

ÇÖKTÜRME DENEYİ.3 (6c)

- 1) Numune: 100 Gm.
- 2) Potasyum Hidroksid ilavesi yapıldı.
- 3) pH=11'de çalışıldı.
- 4) NETİCE: Seçimlik elde edilemedi.

3.11. Kalsinasyon

Alunitli kaolin önce çeneli kırıcı ve bilahare konik kırıcıdan geçirilerek 6 elek fraksiyon altı elde edildi.

KULLANILAN ELEKLER

- 1)-38,1 mm.
- 2)-19,05 mm.
- 3)-9,52 mm.
- 4)-4,76 mm.
- 5)-2,83 mm.
- 6)-1,00 mm. oldu.

Yukarıdaki Elek Fraksiyonlarından 500 gr. numune alındı ve her numune 900 C sıcaklıkta ve 15 dakika Temperlenerek kalsinasyona tabi tutuldu. Test neticesinde tesbit edilen ATEŞTE ZAIYAT neticesi aşağıdaki Çizelge: 29'da kapsanmıştır.

Çizelge: 29 Kalsinasyon Sonrası Ateşte Zaiyat

<u>Elek Ebadı. mm</u>	<u>Ateş Zaiyatı. %</u>
-38,1 mm	19,2
-19,05 mm	18,8
-9,52 mm	20,4
-4,76 mm	17,8
-2,83 mm	18,4
-1,00 mm	17,4

Yukarıda belirtilen 6 Elek Fraksiyonu üzerinde besleme ve kalsinasyon sonrası yapılan (SO_3) Sülfite Analizi neticesi aşağıdaki Çizelge: 30'da kapsamıştır.

Çizelge: 30 Kalsinasyon Sonrası (SO_3) Neticesi ($900\text{ }^\circ\text{C}$, 15 Dakika)

Elek Ebadı, mm	Besleme SO_3	Kalsinasyon Sonrası, SO_3	Fark SO_3	% Fark SO_3
-38,1	13,37	7,61	5,76	43,08
-19,05	13,17	8,47	4,70	35,69
-9,52	12,44	7,47	4,97	39,95
-4,76	12,91	7,65	5,26	40,74
-2,83	12,72	8,03	4,69	36,87
-1,00	13,37	9,37	4,00	29,92

Kalsinasyon ön işlemlerinde en etkin kışlem -38,1 mm. elek fraksiyonunda olduğundan bu fraksiyon elekden alınan numuneler değişen parametrelere göre kalsinasyon işlemine tabi tutuldu. Şöyle ki;

1)Kalsinasyon sıcaklık derecesi olarak $900\text{ }^\circ\text{C}$, $1000\text{ }^\circ\text{C}$, $1100\text{ }^\circ\text{C}$ ve $1200\text{ }^\circ\text{C}$ denendi.

2)Pişirme bekletme süresi olarak 30 dakika ve 60 dakika parametreleri denendi.

Yukarıda belirtilen değişken parametrelere göre 8 deney yapıldı. Deney neticesinde Ateş Zaiyatı Yüzdesi ile (SO_3 -Sülfite) yüzdesi analize edildi. Analiz neticeleri Çizelge: 31 ve Çizelge: 32'de kapsamıştır.

Çizelge: 31 Kalsinasyon Sonrası Ateş Zaiyat % Tayini

Kalsinasyon Sıcaklığı, °C	Bekletme Süresi Dakika	Ateş Zaiyatı %
900	30	22,8
900	60	22,8
1000	30	25,2
1000	60	24,8
1100	30	25,8
1100	60	21,6
1200	30	28,0
1200	60	25,0

Çizelge: 32 Kalsinasyon Sonrası (SO₃) Tayini

Elek Ebadı, mm	Kalsinasyon Sıcaklığı, °C	Bekletme Süresi Dakika	SO ₃ , %
-38,1	900	30	3,07
-38,1	900	60	2,14
-38,1	1000	30	2,41
-38,1	1000	60	1,49
-38,1	1100	30	0,97
-38,1	1100	60	0,43
-38,1	1200	30	0,10
-38,1	1200	60	0,10

3.12. Kimyasal İşlem

Kimyasal işlem, alunitli kaolin numunesi üzerine sodyum klorür çözeltisi ilavesi ve ısıtılmasıyla olmaktadır. Bu olayda aşağıda belirtilen Kimyasal Reaksiyon vukubulmaktadır;



Hidroklorik asid gazı ile suyun ayrılmasından sonra kalan ürün sıcak su içinde işleme tabi tutuldu. Filtre kağıdından süzülerek ayrıştırma yapıldı. Filtre kağıdı üzerinde kalan katı miktarı üzerinde (SO₃) tayini yapıldı.

SO₃ Miktarı: olarak %12.14 bulundu.

3.13. Kalsinasyon + Kimyasal İşlem

Kimyasal işlem genelde kalsinasyon sonrası aluniti azalan kaolin üzerinde yapılmaktadır. Bu kapsamda 70 Mesh (0.2 mm.) elekden geçen umune üzerinde şu denemeler yapıldı.

- a) 200 °C Kalsinasyon + NaCl ile kimyasal işlem.
- b) 300 °C Kalsinasyon + NaCl ile kimyasal işlem.
- c) 400 °C Kalsinasyon + NaCl ile kimyasal işlem.
- d) 500 °C Kalsinasyon + NaCl ile kimyasal işlem.
- e) 600 °C Kalsinasyon + NaCl ile kimyasal işlem.
- f) 700 °C Kalsinasyon + NaCl ile kimyasal işlem.

Filtre kağıdında süzülerek ayrıştırma yapıldı. Filtre kağıdı üzerinde kalan katı miktarda (SO₃) analizi yapıldı. Neticeler Çizelge: 33'de gösterilmiştir.

Çizelge: 33 Kalsinasyon Kimyasal İşlem Testi Neticeleri

Yapılan İşlem	SO ₃ , %
200 C Kalsinasyon + NaCl Kimyasal İşlem	12,44
300 C Kalsinasyon + NaCl Kimyasal İşlem	12,20
400 C Kalsinasyon + NaCl Kimyasal İşlem	12,29
500 C Kalsinasyon + Kimyasal İşlem	11,78
600 C Kalsinasyon + Kimyasal İşlem	11,47
700 C Kalsinasyon + Kimyasal İşlem	10,32
800 C Kalsinasyon + Kimyasal İşlem	10,40

3.14. SO₃ Analiz Yöntemi

Tüm yapılan Cevher Zenginleştirme çalışmaları neticesinde elde edilen ürünler yüzzerindeki Sülfüt (SO₃) tayini aşağıdaki analiz yöntemi kullanılarak yapıldı.

Şöyle ki;

- 1) Numune önce 80 Mesh elekten geçirildi.
- 2) 0,5 gm numune tartıldı.
- 3) 2,5 gm. susuz sodyum karbonat ilave edildi.
- 4) 1,5 gm. Amonyum Klorür ilave edildi.
- 5) Platin kroze içindeki numune iyice karıştırıldı.
- 6) Amyant bir levha üzerine oturtuldu ve üzeri kapakla kapandı.
- 7) Karışım önce yavaş yavaş, sonra hızla 1000 C'le ısıtıldı.
- 8) Isıtma işlemine 45-60 dakika devam edildi.
- 9) Isıtma sonrası kroze soğutuldu.
- 10) İçindekiler 300-400 ml'lik bir behere alındı, takribi 100 ml. sıcak su ilave edilerek gevşetildi.
- 11) Kroze bir kenarından temiz bir penseyle tutularak iyice yıkandı.
- 12) Daha sonra ortama 5 ml. derişik hidroklorik asid ilave edildi.

13)Ortam kalevi olduğundan bazı metal iyonları hidroksid halinde çökmüş olarak kalır. Çökelek süzgeç kağıdından süzüldü ve 1,2 hidrolik asidde çözülüp tekrar çöktürüldü.

14)Oluşan çökelek süzüldü ve iyice yıkandı. Süzüntüler birleştirildi ve hidroklorik asitle asitlendirilip kuruluğa kadar buharlaştırıldı.

15)Bundan sonra derişik asitle bir kere daha muamele edilip tekrar işlendi.

16)Son defa derişik HCl ile asitlendirilip üzerine 100 ml. sıcak su ilave edildi. Böylece mevcut Silisyum bileşikleri SiO_2 halinde ayrılmış oldu.

17)Çökelek süzüldü ve sıcak su ile yakındı. Süzüntü içindeki sülfat miktarı, sülfat tayininde olduğu gibi hesaplandı.

4-ENDÜSTRİYEL UYGULAMA ÇALIŞMALARI

Söz konusu Alunitli Kaolinden -1.00 mm. ve -38.1 mm. iki materyal 900 °C'de kalsine edildi ve endüstriyel vitra döküm çamurunda denendi.

Araştırılan Vitra Massesinin Reçetesi:

Pişmiş Kırığı	%8,0
Potasyum Feldspatı	%8,0
Sodyum Feldspatı	%10,0
Sındırgı Kaolini	%20,0
T-155 Döküm Kili	%19,0
Sert Mihaliçik Kaolini	%15,0
İnhisar Kili	%20,0

TOPLAM %100,0

Elektrolit İlavesi : Soda İlavesi : %0,15

Cam Suyu : %0,25

Yukarıdaki Reçetede bulunan normal Sındırğı Kaolini yerine;

1)-1,00 mm. kalsine edilmiş Alunitli Kaolin,

2)-38,1 mm. kalsine edilmiş Alunitli Kaolin,

kullanarak deneme reçeteleri yapıldı.

Reçetelerde kullanılan hammaddelerin Kimyasal Analizleri Çizelge: 34'de gösterilmiştir.

Çizelge: 34 Kullanılan Hammaddelerin Kimyasal Analizleri

Hammadde	At.Z.%	SiO ₂ , %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	TiO ₂ %	CaO, %	MgO %	K ₂ O %	Na ₂ O %
Vitra Kırık	—	69,50	25,10	0,90	0,40	0,90	0,50	2,20	0,60
Potas Feldspat	0,60	71,00	17,00	—	0,20	1,60	0,40	6,00	3,80
Sodyum Feld.	0,75	67,30	21,00	0,54	0,20	1,00	0,10	0,20	8,66
Sırdığı Kao.	8,37	62,70	27,25	0,49	0,11	0,39	0,39	—	0,30
Döküm Kili	9,40	55,82	29,38	1,68	0,95	0,55	1,01	1,21	0,10
Sert Mihal.	12,91	48,81	34,41	1,44	0,18	0,83	0,73	0,20	0,49
İnhisar Kili	18,58	44,54	29,49	2,29	1,03	1,22	0,35	1,60	0,90

Araştırma çalışmalarında elde edilen üç adet Deney Massesinin özellikleri aşağıdaki Çizelge: 35'de verilmiştir.

Çizelge: 35 Döküm Deney Hamurunun Özellikleri

Özellikler	Normal Hamur	-1.00 mm Kalsine	-38,1mm Kalsine
Viskosite, Saniye	26	27	28
Litre Ağırlık, gm	1630	1650	1660
Elek Bakiyesi, %(100 Meshde)	1,0	1,1	1,2
Renk	Gri	Açık Kahve	Açık Kahve
Çamur Boşaltma Süresi,Dakika	30	30	30
Kalıptan Çıkartma,Dakika	120	110	110
Plastiklik	İyi	İyi	İyi
Et Kalınlığı (30 Dakikada)	3 mm	3 mm	3 mm
Kuru Çekme, %	4,5	5,0	5,0
Toplam Çekme, %	14,5	15,0	15,0
Su Emme, %	2,0	2,0	2,0
Deformasyon, mm	7,0	8,0	8,0
Kuru Mukavemet, Kg/cm ²	14,0	12,0	13,0

Deney hamurunun pişmiş Kimyasal ve Rasyonel Analizi aşağıda belirtilmiştir.

DENEY MASSESİNİN KİMYASAL ANALİZİ

	<u>Normal Hamur</u>	<u>-1.00 mm</u>	<u>-38.1 mm.</u>
		<u>Kalsine</u>	<u>Kalsine</u>
SiO ₂	%69,5	%69.7	%69.1
Al ₂ O ₃	%25,1	%25.0	%25.6
Fe ₂ O ₃	%0,9	%0.9	%0.9
TiO ₂	%0,4	%0.4	%0.4
CaO	%0,9	%0.9	%0.9
MgO	%0,5	%0.5	%0.5
(K ₂ O, Na ₂ O)	%2,8	%2.6	%2.6
	100.0	100.0	10.0

DENEY MASSESİNİN RASYONEL ANALİZİ

	<u>Normal Hamur</u>	<u>-1.00 mm.</u>	<u>-38.1 mm.</u>
		<u>Kalsine</u>	<u>Kalsine</u>
Kaolinit	%51,0	%51.0	%51.2
Kuvartz	%29,5	%29.9	%29.1
Feldspat	%19,5	%19.1	%19.7
	100.0	100.0	100.0

ARAŞTIRMA NETİCESİ

Yapılan araştırmada testler yanında plaket, kroze ve kapsül üretildi.

Test neticeleri ve deneysel ürünler göstermektedir ki seramik bünyelerde alunit ihtiva etmeyen Balıkesir Yöresi Sındırgı Kaolini yerine kalsine edilmiş alunitli Sındırgı Kaolini kullanılabilir.

BÖLÜM IV

4-SONUÇLAR

Balıkesir - Mustafa Kemal Paşa yöresine ait alunitli kaolinler genelde;

-%35,75 - 43,90 arası SiO_2

-%30,21 - 33,65 arası alüminyum oksid (Al_2O_3)

-%9,04 - 15,50 arası SO_3 (alunit) ihtiva etmektedir.

Bu yöreden alınan 3 ton materyal harmanlanarak homojene edildi. Kürekleme ve dörtleme yöntemiyle 200 Kg. numune ayrıldı. Bu numune analizinde; $\text{SiO}_2 = \%43,80$, $\text{Al}_2\text{O}_3 = \%30,24$, $\text{SO}_3 \%12,73$ bulundu. Bu Alunitli Kaolin numunesi üzerinde cevher zenginleştirme çalışmaları olarak ; (Geominco, 1977) (Aytekin, 1988)

- 1)Kuru öğütme,
- 2)Mikser ile Yaş Dağıtma,
- 3)Değirmende Yaş Öğütme,
- 4)Hidrosiklon Testi,
- 5)Flotasyon Deneyi,
- 6)Aglomerasyon Deneyi,
- 7)Kalsinasyon + Agglomerasyon,
- 8)Flokulasyon,
- 9)Seçimli Flokulasyon,
- 10)Çöktürme Deneyi,
- 11)Kalsinasyon,
- 12)Kimyasal İşlem,
- 13)Kalsinasyon + Kimyasal İşlem çalışmaları yapıldı.

Çalışma sonuçları değerlendirilirse;

1)KURU ÖĞÜTMEDE: Alunit (SO_3) miktarı cüzi miktarda $\%12,44$ 'e düşmektedir.

- 2)MİKSER İLE YAŞ DAĞITIMDA, (SO_3) miktarı %10,15'e düşmektedir.
- 3)DEĞİRMENDE YAŞ ÖĞÜTMEDE, (SO_3) miktarı %6,72'ye düşmektedir.
- 4)Hidrosiklon Testinde (SO_3) miktarı %13,62'ye düşmektedir.
- 5)Flotasyon Testlerinde minimum (SO_3) değeri %8,36 olmaktadır.
- 6)Aglomerasyon Deneyi sonucunda elde edilememiştir.
- 7)Alunitli Kaolin önce kalsine edilip bilahare Agglomerasyon testine tabi tutulduğunda selektivite yine elde edilememiştir.
- 8)Flokulasyon Deneyi sonucunda da selektivite sağlanamamıştır. (Minimum SO_3 =%10,68)
- 9)Seçimli Flokulasyon Deneyi sonucunda da seçim sağlanamadı.
- 10)Çöktürme Deneyi sonucunda da selektivite sağlanamamıştır.
- 11)%9,04 - %15.50 arasında alunit ihtiva eden Balıkesir Mustafa Kemal Paşa kaolinleri için en iyi Cevher Zenginleştirme Yöntemi Kalsinasyon Deneyi olmuştur. Yapılan 14 Kalsinasyon Testi göstermiştir ki Alunitli Kaolindeki SO_3 miktarı;
 - a)900 °C sonrası %2,14'e,
 - b) 1000 °C sonrası %1,49'a
 - c) 1100 °C sonrası %0,43'e
 - d) 1200 °C sonrası %0,10'a düşmüştür.
- 12)Kimyasal işlemde SO_3 miktarının düşürülmesi yönünden bir netice vermemiştir. SO_3 miktarı %12,14'e düşmüştür.
- 13)Kalsinasyon + Kimyasal işleminde SO_3 miktarı %10,32'ye düşmüştür.

Sonuç olarak; %9,04 - %15,50 arasında SO_3 (Alunit) ihtiva eden Balıkesir Mustafa Kemal Paşa Yöresi Kaolinleri için en iyi Cevher Zenginleştirme Yöntemi KALSİNASYON olmaktadır. 900 °C Kalsinasyon neticesinde elde edilen %2,14 seramik sanayinde kullanım için yeterlidir.

Ayrıca halen seramik ve cam fabrikalarında mevcut 1000 °C Kalsinasyon kamara fırını, Alunitli Kaolinin Kalsine edilmesi işlevini 900 °C'de ekonomik olarak yerine getirebilmektedir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- ACKERMAN, J.B. 1978. "Alunite Flotation", Mas. Thesis University of Utah, Salt Lake City., Utah.
- ANDREW, P.L. 1967. "Reaction of Fatty Acid Colectors with Alunite and Quartz", Izvestia Vyschika Üchebayld Zavedeni, Izvetnaya Metallurjya 10, No.4, P.1.
- ATAK, Suna. 1982. "Flotasyon İlkeleri ve Uygulaması", İ.T.Ü., 222 S.
- AYES, Peter. 1977."Particle Mechanics", Dept. of Mineral Resources Engineering, Emperial College of Science and Technology, London sw 723 p. England.
- AYTEKİN, Yavuz. 1988. "Uluslararası Cevher Hazırlama Sempozyumu Makaleleri", İzmir.
- BAYRAKTAR, Turgut Cengiz. 1979. "Cevher Hazırlamada Zenginleştirme Öncesi İşlemler", İ.T.Ü. 199s.
- DEAR, N.A., Newie N.A. ve Zusmann, 1967. "An Introduction to the Rock Forming Minerals, Longman London, L-519 p.
- Denver Minerals, 1971. Handbook, "Flotation of Non-Metallics, the Denver Corp. Colorado, U.S.A. 120-147.
- DIXIT, G.C., and Millér J.B., Feb. 1980. "Flotation Chemistry of the Alunite-Oleate System" to be presented at the 109th annual meeting of SEE/AIME., Las Vegas.
- FUERSTENAU, N.C., Miller J.D. Kuhn N.C., 1985. "Chemistry of Flotation, Society of Mining Engineers of the American Institute of Mining. Metallurgy and Petroleum Engineers, Inc. New York.
- FUERSTENAU, D.W. 1962. "Froth Flotation 50th Anniversary Volume, A.Y.M.N., New York, 1-666 s.

- GABRIEL, A., and Dasher, J. 1942. "Beneficiation of Alunite" U.S. Bureau of Mines., Rol., 3610, p.20
- JUNCHENG, Zhang. 1984. "Separation of Alunite From Kadin by Selective Flocculation", Industrial Inorganic Chemicals 28-32.
- MILLER, J.D. and Ackerman, J.B., 1976. "Bench Scale Flotation of Alunite Ore with Oleic Acid" J.D. Mler and J.B. Ackerman "Department of Metalurgy and Metallurgical Engineering University of Utah, Salt Lake City, Utah 84112.
- NAL, Gven. 1985. "Cevher Hazırlamada Flotasyon Dıřındaki Zenginleřtirme Yntemleri, I.T.. 232 s.
- SMER, Gner. 1988. "Seramik Sanayii El Kitabı", Anadolu niversitesi, Eskiřehir. No. 308 (1), 39 s.
- USTAER, C., Guergey, 1982. . "The Separation of Alunite in Alunitic Kaolin by Selective Flocculation", Clays Clay Miner., 23 (6), 468-472.
- WELLS, B.A., 1981. Mineral Processing Technology, Pergamon Press, Oxford, New York.
- Dnya Maden Haberleri ve Trkiye Madenciliğine Toplu Bakıř, 1985, Madencilik TMMOB, TMO Yayın Organı, C,122 s.
- Experiment C-2, "Gravimetric Determination of Sulfate" Introductory Quantitative Chemistry W.H. Freeman and Company.
- Maden Tetkik Arama Enstits. 1980. "Sırdırđı Kaolini Teknolojik İnceleme Raporu", No. 37.
- Geominco Raporu. 1977. Smerbank Genel Mdrlg, 65 S.
- Seramik Sanayii. 1986. DPT V.Beř Yıllık Kalkınma Planı zel İhtisas Komisyonu Raporu.

